

Mechanische Charakterisierung einzelner & periodisch angeordneter nanoskaliger GaAs-Säulen

Dissertation der Fakultät für Physik
der Ludwigs-Maximilians-Universität München



vorgelegt von
Philipp Paulitschke
München, Juli 2011

Erstgutachter: Prof. Dr. J. P. Kotthaus
Zweitgutachter: Prof. Dr. J. Rädler
Tag der mündlichen Prüfung: 11.11.2011

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Mechanische Charakterisierung einzelner Mikro-/Nanosäulen	5
2.1	GaAs-Säulengeometrie	5
2.1.1	Herstellung	5
2.1.2	Probendesign und Säulengeometrie einzelner Säulen	6
2.2	Detektionsaufbau	8
2.2.1	Einleitung und Motivation	8
2.2.2	Reflexionsdetektionsaufbau	9
2.3	FDTD-Simulationen	10
2.4	Experimentelle Charakterisierung der Detektionsmethode	14
2.4.1	Sensitivität der Reflexionsdetektion	20
2.5	Mechanische Charakterisierung	25
2.5.1	Einleitung und Motivation zum nanomechanischen Antrieb	25
2.5.2	Experimentelle Bestimmung der Eigenfrequenzen	26
2.5.3	Geometrieabhängigkeit der Dämpfung	28
2.5.4	Umgebungsdruckabhängigkeit der Dämpfung	29
2.6	Bestimmung des E -Moduls und der Federhärte	33
2.6.1	Eigenfrequenz von Zylindern mit $K > 0.1$	33
2.6.2	Auswertung der Messdaten nach Euler-Bernoulli plus Scher- verformung	38
2.6.3	Eigenfrequenz invertiert konischer Zylinder mit $K < 0.1$	39
2.6.4	Vergleich ω -Modelle mit FEM-Simulationen	43
2.6.5	Auswertung des E -Moduls für $K < 0.1$	44
2.6.6	Federhärten invertiert konischer Zylinder mit $K < 0.1$	46
3	Mechanische Charakterisierung zweidimensionaler Säulengitter	49
3.1	Einleitung und Motivation	49
3.2	Probendesign zweidimensionaler Säulengitter	51
3.3	Einführung in die Fourieroptik	52
3.3.1	Theorie zur Beugung am Doppelspalt	52
3.3.2	Theorie zur Beugung am zweidimensionalen Kreisscheibengitter	54

3.4	Beugungsdetektion am starren Säulengitter	56
3.4.1	Beugungsdetektionaufbau	57
3.4.2	Experimentelle Bestimmung des Beugungsbildes	58
3.5	Dynamisches Beugungsgitter	60
3.5.1	Frequenz- und Amplitudenabhängigkeit der Braggreflexintensität	61
3.6	Optische Mikroskopabbildung dynamischer Säulengitter	63
4	Säulenfeld als Kraftsensor für lebende Zellen	69
4.0.1	Zellinduzierte Säulenauslenkung	72
5	Zusammenfassung und Ausblick	77
	Publikationsliste	85
A	Anhang	87
A.1	Eigenfrequenz nach der ersten Methode nach Ritz	87
A.2	Resonant getriebenes Säulenfeld	89
A.3	Fouriertransformation eines zweidimensionalen Gitters	89
	Literaturverzeichnis	93
	Vielen Dank!	99

Kapitel 1

Einleitung

In den letzten Jahrzehnten konnten aufgrund der technologischen Fortschritte in der Halbleiterindustrie immer kleinere elektronische, optische und mechanische Strukturen hergestellt und untersucht werden. Diese Miniaturisierung führt bis hin zur Nanotechnologie. Bereits Ende der 60er erkannte Richard Feynman die Bedeutung der Miniaturisierung, was in seiner berühmten Rede „There’s Plenty of Room at the Bottom“ [1] Ausdruck findet. Heutzutage erstreckt sich die Nanotechnologie über verschiedenste Forschungsgebiete, wie beispielsweise das der Biologie, der Chemie, der Medizin und natürlich der Physik.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Mechanik von nano- bzw. mikrometergroßen Strukturen, welche auf ein immer größer werdendes wissenschaftliches und wirtschaftliches Interesse stößt. So werden beispielsweise mikroelektromechanische Systeme (MEMS) in der Autoindustrie als Beschleunigungssensoren zum Auslösen von Airbags eingesetzt. Entscheidende Vorteile dieser Systeme sind ihr niedriger Herstellungspreis, ihre geringe Größe, sowie ihre hohe Sensitivität.

Eine konsequente Weiterentwicklung der Miniaturisierung erschließt den Bereich der nanoelektromechanischen Systeme (NEMS), welche maßgeblich durch die Halbleiterindustrie vorangetrieben wird. Mit Hilfe dieser Strukturen lassen sich faszinierende Phänomene beobachten, wie beispielsweise die Ablagerung einzelner Goldatome [2], Kräfte im sub-Attonewtonbereich [3], die Ladungsänderung von $1/10$ der Elementarladung [4], einzelne Elektronenspins [5] oder Kernspins [6]. Es wurde sogar der quantenmechanische Grundzustand von NEMS nachgewiesen [7].

Die Herstellung der in dieser Arbeit verwendeten Strukturen erfolgte mittels Verfahren der Halbleitertechnologie, um präzise und reproduzierbare nano- bzw. mikromechanische Elemente aus Galliumarsenid (GaAs) zu erhalten. Diese Elemente sind einseitig eingespannte, senkrecht auf dem Substrat stehende, invertiert konische GaAs-Säulen, deren kleinster Säulenrumpfradius im Bereich von 10 Nanometer liegt.

Da die mechanischen Eigenschaften nanoskaliger Objekte nicht nur aus Sicht der

Grundlagenforschung interessant sind, sondern auch zur Erschließung neuer Anwendungsgebiete führen können, wird im ersten Kapitel 2 die mechanische Charakterisierung der bisher unerforschten „top-down“-fabrizierten GaAs Mikro/-Nanosäulen vorgenommen. Eine weit verbreitete Methode ist die resonante Charakterisierung. Dabei gilt es, zwei wichtige, herausfordernde Fragestellungen der Nanomechanik zu beantworten: Wie kann man diese kleinen Strukturen mit Eigenfrequenzen im Bereich von Kilo- bis Megahertz resonant treiben und wie sind ihre getriebenen Schwingungen zu detektieren?

Es existiert ein Vielzahl an Antriebsmechanismen für nanomechanische Resonatoren. So zählen magnetomotive- [8], kapazitive- [9] und dielektrische Gradientenfeld-Antriebsmechanismen [10] zu den „on-chip“-Antriebsmethoden. Die Nachteile dieser „on-chip“-Methoden sind eine individuelle elektronische Verbindung jedes einzelnen Elements, was die Kosten und die Komplexität des Herstellungs- und Auswertungsverfahrens erhöht. Externe Antriebsmechanismen wie der photothermisch induzierte [11] oder elektrostatische [12] Antrieb verändern die intrinsischen Eigenschaften des Resonators. Aus diesem Grund wird in der vorliegenden Arbeit ein piezoelektrischer Kristall als externer Antrieb verwendet. Dieser funktioniert für alle Resonatormaterialien und beeinträchtigt die mechanischen Eigenschaften des Resonators nicht [13] - [16].

Um die Schwingungen einseitig eingespannter Nanoresonatoren zu charakterisieren, erstrecken sich die bekannten Detektionsmethoden von der optischen Kavitäts- [17] über die interferometrische [18] und die nicht interferometrische [19] bis hin zur elektrischen Transport-Detektion [20]. Im Unterkapitel 2.2 -2.4 wird eine neue Detektionsmethode für einseitig eingespannte, senkrecht auf dem Substrat stehende nano-/mikromechanische Säulen vorgestellt. Diese besitzt eine vergleichbar gute Detektionssensitivität und zeichnet sich durch einen schnelleren Probenwechsel und eine schnellere Einjustage des Messsignals aus.

Mit dem experimentellen Aufbau werden im Unterkapitel 2.5.2 die GaAs-Säulen bei Raumtemperatur und in Abhängigkeit des Umgebungsdruckes resonant untersucht. Dabei wird ein sehr großer Bereich verschiedenster Säulengeometrien mit einem Säulenkopfradius von 30 bis 1250 nm, einem Säulenrumpfradius von 10 bis 1000 nm und einer Säulenhöhe von 2 bis 10 μm charakterisiert, wobei die Eigenfrequenzen der GaAs-Säulen über drei Größenordnungen von 100 kHz bis 100 MHz variieren. Da die Dämpfung eines Resonators das Auflösungsvermögen möglicher Sensoranwendungen limitiert, wird über den gesamten Frequenzbereich sowohl die geometrieabhängige als auch die umgebungsdruckabhängige Dämpfung der GaAs-Säulen bestimmt.

Mit den experimentell bestimmten Eigenfrequenzwerten und den geometrischen Abmessungen der GaAs-Säulen kann auf eine weitere intrinsische Kenngröße der Kontinuumsmechanik, den Elastizitätsmodul (E -Modul), geschlossen werden. In mehreren Veröffentlichungen wird von einem effektiven, geometrieabhängigen E -Modul von Nanoresonatoren berichtet, welcher mit kleiner werdendem Durchmesser des Resonators größer [21] oder kleiner [22], [23] wird, ohne dass eine konsistente Erklärung dieses Phänomens geliefert wird. In dieser Arbeit wird dagegen ein anderer An-

satz gewählt, welcher auf einer Erweiterung der Euler-Bernoulli-Balkentheorie [24] basiert. Im Unterkapitel 2.6 werden die theoretischen Grundlagen der Bewegungsgleichung des invertiert konischen Zylinders vorgestellt, um auf den Zusammenhang zwischen der Eigenfrequenz und der Geometrie zu schließen. Die analytischen Lösungen werden durch Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulationen bestätigt. Es zeigt sich, dass alle in dieser Arbeit vorgestellten GaAs-Säulen ein geometrieunabhängiges E -Modul aufweisen.

Die Bestimmung des E -Moduls ermöglicht wiederum die Bestimmung der Federhärte [25]. Diese ist Grundvoraussetzung zur Kalibrierung des thermischen Rauschens eines Resonators und eine der wichtigsten physikalischen Kenngrößen bei sensorischen Anwendungen. Die in dieser Arbeit untersuchten GaAs-Säulen besitzen Federhärten, die über 9 Größenordnungen variieren. Während die härtesten Säulen Federhärten von $2 \cdot 10^4$ N/m erreichen, betragen die kleinsten Federhärten nur $3 \cdot 10^{-5}$ N/m. Die kleinsten Federhärten der GaAs-Säulen sind vergleichbar mit den kleinsten Federhärten von Nanodrähten (Nanowire) [26] und sind mehr als drei Größenordnungen kleiner als die flexibelsten, kommerziell erhältlichen Rasterkraftmikroskop-Blattfedern (AFM-Cantilever).

Ein entscheidender Vorteil nanomechanischer Systeme liegt in ihrer hohen Sensitivität und ihrer kleinen Größe. Aufgrund der großen Anzahl von Resonatoren pro Flächeneinheit (Integrationsdichte) können neue physikalische Phänomene auftreten, wie zum Beispiel die Kopplung zwischen benachbarten Resonatoren [27] - [29]. Des Weiteren sind aus NEMS bestehende großflächig strukturierte Oberflächen besonders für sensorische Anwendungen geeignet. So kann beispielsweise die räumliche Kraftverteilung einer bzw. vieler lebender Zellen [30] - [32] analysiert werden.

Jedoch erhöht eine große Anzahl an nanomechanischen Elementen auch die Anforderung an die Detektion, da gleichzeitig viele Elemente analysiert werden müssen. Mittels der On-Chip-Methoden wäre dies mit den bereits erwähnten Nachteilen möglich. Da aber die mechanischen Resonatoren häufig Verbrauchs- und Verschleißkomponenten sind, ist ein einfacher Sensorwechsel von Vorteil. Dies ist am leichtesten mit einer externen Detektions- und Antriebsmethode realisierbar.

Im Kapitel 3 werden zwei unterschiedliche Detektionsmethoden zur gleichzeitigen Detektion einer großen Anzahl von periodisch angeordneten Nano- bzw. Mikroresonatoren vorgestellt.

Die theoretischen Grundlagen der ersten Methode werden im Unterkapitel 3.3 behandelt, wobei angenommen wird, dass sich das zweidimensionale Säulengitter mit reflektierenden Säulenköpfen als zweidimensionales Kreisscheibengitter beschreiben lässt. Aus der Fouriertransformation dieses Gitters wird auf eine Intensitätsverteilung im Fourierraum geschlossen.

Im Unterkapitel 3.4 wird der experimentelle Aufbau zur Messung der Lichtbeugung am starren Säulengitter im vorgestellt, wobei das experimentelle Beugungsbild zeigt eine sehr gute Übereinstimmung mit der hergeleiteten analytischen Formel der Intensitätsverteilung eines Kreisscheibengitters.

Wird nun die perfekte Gitteranordnung durch Auslenkungen der Säulen gestört, so

verursacht dies auch eine Änderung des Beugungsbildes. Diese Änderungen werden, ähnlich wie in den Debye-Waller-Experimenten [33], an den Beugungsmaxima untersucht und im Unterkapitel 3.5 an resonant getriebenen Säulenfeldern mit bis zu 3600 einzelnen Säulen bei Normaldruck vorgestellt.

Um ein detaillierteres Verständnis des Beugungsmesssignals zu erhalten, wird im Unterkapitel 3.6 die zweite Detektionsmethode, welche die direkte optische Abbildung der Säulenauslenkungen ermöglicht, präsentiert. Aufgrund dieser Detektion ist es möglich, lokalisiert auftretende Schwingungsmoden und eine überraschend geringere Dämpfung dieser Moden bei Normaldruck zu identifizieren.

Im letzten Kapitel 4 werden die zuvor erwähnten Vorteile von nanomechanischen Elementen, wie die hohe Integrationsdichte und die kleinen Federhärten, ausgenutzt, um die ersten Experimente eines Kraftsensors an lebenden Zellen vorzustellen. Diese Experimente werden mit einer *Dictyostelium discoideum*-Zelle [34] durchgeführt, auf welche das GaAs keine toxische Wirkung zeigt. Dabei wird ein Kraftübertrag der Zelle auf die flexiblen GaAs-Säulen in Form einer zeitabhängigen statischen Säulenauslenkung nachgewiesen.

Kapitel 2

Mechanische Charakterisierung einzelner Mikro-/Nanosäulen

2.1 GaAs-Säulengeometrie

In diesem Unterkapitel werden die verwendeten nanomechanischen Strukturen vorgestellt. Dabei handelt es sich um ein neues Probendesign (siehe Publikationsliste Publikation 4), dessen Grundelement senkrecht auf dem Substrat stehende nano-/mikromechanische Galliumarsenid (GaAs)-Säulen sind. Ihre besondere Geometrie kommt durch ihre „invertierte“ Verjüngung zustande und wird im Folgenden als invertiert konischer Zylinder bezeichnet. Bei bisherigen halbleiterbasierten Herstellungsverfahren von verjüngten Nanosäulen entstehen sowohl bei „top-down“- als auch bei „bottom up“-Verfahren [35] im Wesentlichen Säulen mit einer breiteren Basis als Spitze („normale“ Verjüngung) [36], [37], [38]. Aufgrund der invertierten Verjüngung sind Strukturabmessungen unterhalb des Standards der elektronenlithographischen Auflösungsgrenze herstellbar [39]. Dadurch können mechanische Elemente mit kleinste Federhärten im Bereich von 10^{-5} N/m (siehe Unterkapitel 2.6.6) hergestellt werden, wie sie bis jetzt nur mit „bottom-up“ Verfahren möglich waren. Dadurch können sensorische Anwendungen wie Zellkraft- oder Massenbestimmungen ermöglicht bzw. verbessert werden. Diese und weitere Vorteile werden im Kapitel 3 ausführlicher beschrieben sowie für Zellkraftanwendungen ausgenutzt.

2.1.1 Herstellung

In diesem Abschnitt werden das Herstellungsverfahren der neuartigen Säulengeometrien (invertiert konischer Zylinder) und das Probendesign vorgestellt. Dazu muss die Probe eine Reihe von Prozessschritten durchlaufen, die aus einer Folge lithografischer Schritte sowie anisotroper Ätzschritte besteht. Auf der Probenoberfläche

werden zunächst durch Elektronenstrahlolithografie oder durch optische Maskenbelichtung Lackstrukturen definiert. Anschließend wird Nickel als Ätzmaske aufgedampft. Nach dem „Lift-off“-Schritt folgt ein trockenchemischer Ätzschritt, der die endgültige und gewünschte Struktur definiert. Eine ausführliche Beschreibung des Herstellungsverfahrens sowie der Prozessparameter sind in den Arbeiten [40], [41] sowie in der Veröffentlichung [42] zu finden, in welcher unterkehligte Wellenleiter vorgestellt werden.

2.1.2 Probendesign und Säulengeometrie einzelner Säulen

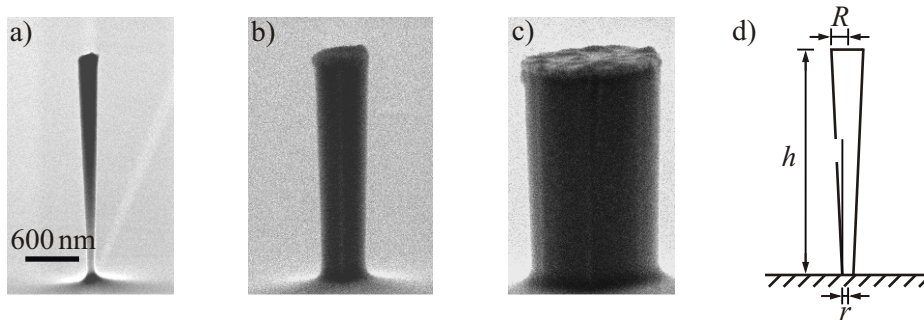


Abbildung 2.1: a), b), c) zeigen Rasterelektronenmikroskop (REM)-Aufnahmen von drei GaAs-Säulen mit verschiedenen geometrischen Abmessungen. In d) sind die verwendeten Geometriebezeichnungen erklärt mit dem Säulenrumpfradius r , dem Säulenkopfradius R , der Säulenhöhe h und dem Winkel der Unterkehligkeit φ [41].

Im Folgenden werden die in der Doktorarbeit verwendeten Säulengeometrien anhand einiger Beispiele (siehe Abbildung 2.1) vorgestellt. Mit dem verwendeten Prozessverfahren ist es möglich, die geometrischen Abmessungen über einen großen Bereich zu variieren und den in dieser Arbeit untersuchten Säulen decken die in der folgenden Tabelle dargestellten Geometriebereich ab:

Säulenrumpfradius r	10 - 1000 nm
Säulenkopfradius R	30 - 1250 nm
Säulenhöhe h	2 - 10 μm
Winkel der Unterkehligkeit φ	1 ° - 2 °

Abbildung 2.2 veranschaulicht, wie aus den REM Aufnahmen eine möglichst präzise Geometrievermessung realisiert wird. Der Messfehler ist abhängig von der gewählten Vergrößerung. Bei einer Vergrößerung von 130000 entspricht ein Pixel ca. einem Nanometer. Das Erkennen der geometrischen Grenzen und der damit verbundene Messfehler der Geometrie unterliegt den gewählten REM Einstellungen, wie der Beschleunigungsspannung, dem Probenstrom, der Detektorwahl, der Rastergeschwindigkeit wie auch der jeweiligen zu untersuchenden Materialdicke und -beschaffenheit.

Auch gerätespezifische Auflösungsgrenzen treten bei großen Vergrößerungen (größer 100000) auf. Auf Grund dieser vielfältigen Faktoren unterliegt die Vermessung einem subjektiven Einschätzungsfehler, der jedoch durch ausreichende Erfahrung auf ein Minimum reduziert werden kann. Mehrmalige Wiederholungsmessungen der geometrischen Grenzen haben bei einem geübten REM Benutzer im Mittel einen Fehler von kleiner einem Pixel ergeben.

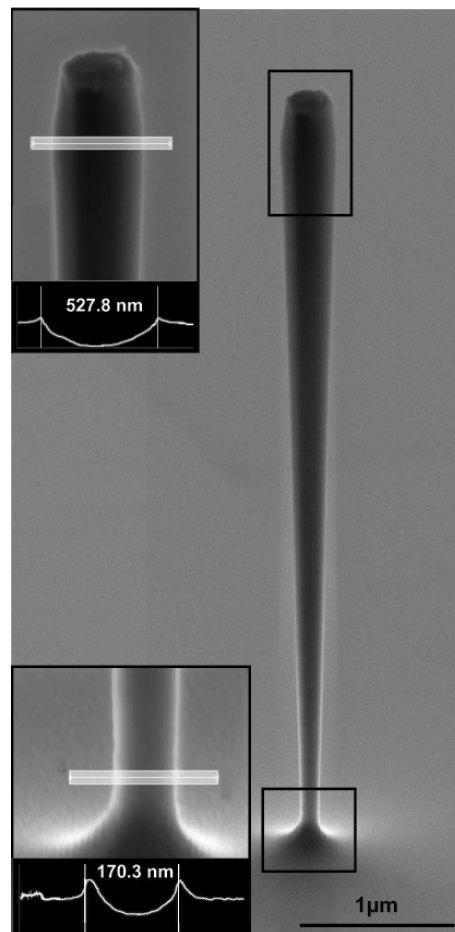


Abbildung 2.2: Verdeutlichung der Geometrievermessung mittels REM Aufnahme (Vergrößerungsfaktor = 13000). In den Bildeinsätzen ist sowohl eine separate Nahaufnahme (Vergrößerungsfaktor = 115000) des Säulenkopfes wie auch des -rumpfes eingefügt. Die jeweilige Durchmesserbestimmung wird anhand der Intensitätsverteilung entlang der weiß eingezeichneten Balken im unteren Teil der Bildeinsätze ausgewertet.

2.2 Detektionsaufbau

2.2.1 Einleitung und Motivation

Mechanische Mikro-/Nanostrukturen haben in den letzten Jahren aufgrund ihrer beachtlichen mechanischen Eigenschaften großes wissenschaftliches Interesse geweckt (siehe Kapitel 1). Dabei ist nicht nur die Herstellung eine der großen Herausforderungen, sondern auch die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften. Dazu werden ein geeigneter Antriebmechanismus und eine geeignete Auslesemethode benötigt. Anhand der nächsten Beispiele wird deutlich, dass die Detektion dem Materialsystem der Resonatoren wie auch den aufzulösenden physikalischen Phänomenen angepasst werden muss.

Für einseitig eingespannte (cantileverbasierte) Sensoren, wie sie verbreitet beim Rasterkraftmikroskop (AFM) [43] eingesetzt werden, existieren verschiedene Auslesemethoden. So wird unter anderem das optische Hebelarmprinzip verwendet, bei dem der optische Strahl in Totalreflexion vom Cantilever abgelenkt wird. Dieser experimentelle Aufbau wird im Folgenden als externe Detektion bezeichnet, wohingegen ein integrierter Stresssensor auf einem Cantilever zu der internen Detektionsmethode (On-Chip) zählt, der auch die Bewegung/Verformung des Cantilevers aufzeichnet [44]. Bei diesen Cantilevern handelt es sich im Wesentlichen um mikrometergroße Elemente. Wird der Cantilever in den Nanometerbereich verkleinert, dann ist eine Totalreflexionsmessung des Laserstrahls nicht mehr möglich.

Für nanomechanische Resonatoren wurde in den letzten Jahren eine Vielzahl von Detektionsmethoden entwickelt. Für doppelseitig eingespannte Resonatoren ist die Interferenzdetektion [45] weit verbreitet. Die in der Literatur erwähnten Detektionsmethoden für einseitig eingespannte Resonatoren erstrecken sich von Kavitäts-Opto-Mechanik [17], nicht interferometrischer [19] und interferometrischer optischer Detektion [18] bis hin zur elektrischen Transportdetektion [20]. Senkrecht auf dem Substrat selbstorganisiert gewachsene Nanodrähte [46] besitzen eine ähnliche Struktur sowie Substratanordnung, wie die in dieser Arbeit verwendeten GaAs-Säulen (siehe Unterkapitel 2.1.2). Bei diesen Strukturen beschränkt sich die Untersuchung der dynamischen Antwort hauptsächlich auf das Transmissionselektronenmikroskop [47], [48], [49] oder das Rasterelektronenmikroskop [50], [51], [52]. Hier werden mittels zeitgemittelten Bildaufnahmen oder Feldemission [53] die Schwingungsamplituden und Frequenzen analysiert. Diese Untersuchungsmethoden sind aufgrund elektrostatischer Aufladungen sowie Kohlenstoffabscheidungen [54] invasive Eingriffe auf den mechanischen Resonator. Informationen über die Phase gehen verloren und die kostspielige Untersuchung erlaubt keine Umgebungsdruckvariationen.

Ein alternativer, vielversprechender Ansatz der mechanischen Charakterisierung von Nanodrähten wurde mittels Hochgeschwindigkeits-Mikroskopieaufnahmen realisiert [12], welche jedoch eine maximale Positionsgenauigkeit der Nanodrähte von einem Nanometer erreicht. Trotz dieser Detektionsnachteile bieten senkrecht auf dem Sub-

strat stehende Säulen gegenüber den einfacher zu detektierenden doppelseitig eingespannten Resonatoren Vorteile, wie z.B. die Realisierung der größten Integrationsdichten (Anzahl der Resonatoren pro Fläche) nanomechanischer Resonatoren. Diese und weitere Vorteile werden im Kapiteln 3 beschrieben.

Grundvoraussetzung für Anwendungen eines Kraft- [26] oder Massesensors [2] bleibt vorerst die mechanische Charakterisierung einzelner Säulen. Nicht elektronenmikroskopische Systeme, wie glasfaserbasierte optische Aufbauten, wie sie in den Arbeiten [55],[56] beschrieben werden, wurden verwendet und zeigten folgende Nachteile. Die Detektion ist nur mit speziellen und schwierig herzustellenden Säulen- und Probengeometrien möglich. Da die Säulenseitenwände als Spiegelfläche fungieren, müssen rechteckige Grundflächen verwendet werden. Außerdem müssen die Säulen aufgrund des optischen Strahlengangs direkt an der Probenkante stehen [40]. Der Hauptnachteil besteht aber in der aufwendigen optischen Positionierung, wodurch Messreihen wie z.B. Umgebungsdruck- und/oder Geometrievariationen stark eingeschränkt werden.

Daraus resultiert eine der zu lösenden Aufgabenstellungen dieser Arbeit: Eine neue Detektionsmethode für einseitig eingespannte, senkrecht auf dem Substrat stehenden nano-/mikromechanische Säulen ohne die zuvor erwähnten Nachteile.

2.2.2 Reflexionsdetektionsaufbau

Im Folgenden wird der experimentelle Aufbau beschrieben, mit dem die neue entwickelte Detektion ermöglicht wird. Dabei ist ein wesentlicher experimenteller Bestandteil die Entwicklung und Herstellung des Vakuumwürfels. Detaillierte Informationen über den optischen Aufbau mit Vakuumkammer (siehe Abbildung 2.3 links), den Probenhalter, der Probenjustage mit Antrieb mittels piezoelektrischem Kristall (Piezo) (siehe Abbildung 2.3 rechts) sowie der Charakterisierung des optischen Strahlengangs sind in der Diplomarbeit [41] wiederzufinden. Mittels dieses Aufbaus wurde zum ersten Mal eine Reflexionsdetektion für senkrecht auf dem Substrat stehende Säulen mit folgenden Vorteilen realisiert. Neben dem einfachen Probeneinbau/-wechsel sowie der Separation des Vakuumwürfels vom optischen Strahlengang wird außerdem durch den direkten Einbau der Positioniereinheit und des Mikroskopobjektives in den Vakuumwürfel eine einfache Probenpositionierung im optischen Strahlengang möglich. Dadurch wird eine direkte Proben- und Laserspotabbildung mittels CCD-Kamera realisiert. Durch diese einfache und schnelle Positionierung können viele verschiedene Messreihen zeitnah durchgeführt werden, wie z.B. Umgebungsdruckvariationsmessungen (siehe Abschnitt 2.5.4), seriell Vermessen von Säulen mit unterschiedlichen Geometrien oder Variation optischer Komponenten, wie z.B. des Lasers mit unterschiedlichen Wellenlängen. Der Probenwechsel erfolgt, dank einer Hebevorrichtung des 40 kg schweren Vakuumwürfels, unproblematisch.

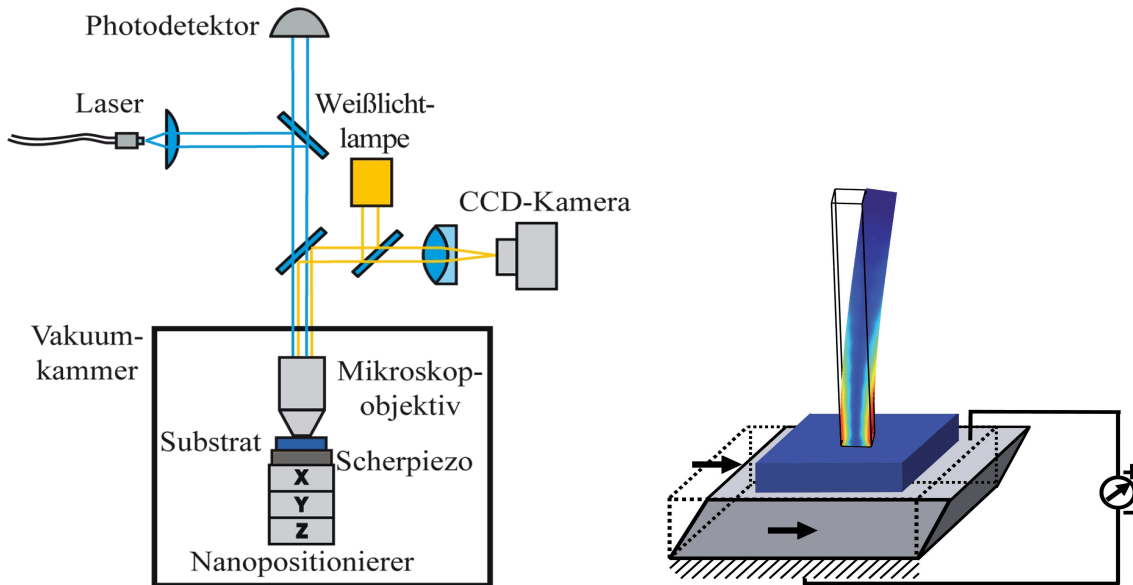


Abbildung 2.3: Links ist eine Skizze des optischen Aufbaus und rechts eine Skizze des Antriebsmechanismus zu sehen.

2.3 FDTD-Simulationen

Nachdem der optische Detektionsaufbau vorgestellt wurde und bevor im Unterkapitel 2.5 die mechanische Charakterisierung der einzelnen Säulen behandelt wird, geht es in diesem Abschnitt um den Ursprung des Messsignals der neuen Reflexionsdetektionsmethode für einseitig eingespannte senkrecht auf dem Substrat stehende Säulen.

Dazu müssen die experimentellen Gegebenheiten, wie das Gaußprofil des Laserstrahls, die Laserwellenlänge wie der Strahlengang nach dem Mikroskopobjektiv (fokussierter Strahl) mit der Numerischen Aperatur NA mitberücksichtigt werden. Das rückreflektierte Lichtsignal wird im Experiment im Fernfeld mit einem Photodetektor analysiert (siehe Abbildung 2.3 links). Dieses ergibt sich aus der nichttrivialen Nahfeldverteilung, welche abhängig von der Säulenposition zum Laserspot, seiner Auslenkung wie auch der kohärenten Addition der elektromagnetischen Felder ist. Eine Lösung für derartige Problemstellungen bieten „Finite Difference Time Domain“ (FDTD)-Simulationen, die nicht nur die elektromagnetische Feldverteilung in der Umgebung der Säule, sondern auch das Fernfeld sowie weitere Variationen, wie beispielsweise Berücksichtigung von Oberflächenrauigkeiten, Säulengeometrie- und Laserspotgrößenvariationen erlauben. FDTD-Simulationen adressieren ein sehr breites Spektrum an Anwendungen im Bezug auf Streuung, Beugung und Ausbreitung von elektromagnetischer Strahlung. So erstreckt sich ihr Einsatzbereich beispielsweise von Biophotonik über optische Wellenleiter, Solarzellen, DVD-Oberflächendesign bis hin zu Photonischen Kristallen [57]. Das in dieser Arbeit verwendete Simula-

tionsprogramm der Firma *Lumerical* wurde unter anderem zur Designoptimierung von Photonischen Kristallen verwendet. Eine Einführung und Beschreibung des Programms befindet sich in der Arbeit [58].

Nun wird der funktionale Teil des optischen Aufbaus mittels des FDTD-Programms rekonstruiert. Dabei wird das dreidimensionale Problem auf ein zweidimensionales reduziert (siehe Abbildung 2.4 links) sowie für eine NA von 0.13 gesetzt.

Dies ist der Laserquellensymmetrie sowie der Reduzierung der Simulationszeit (pro

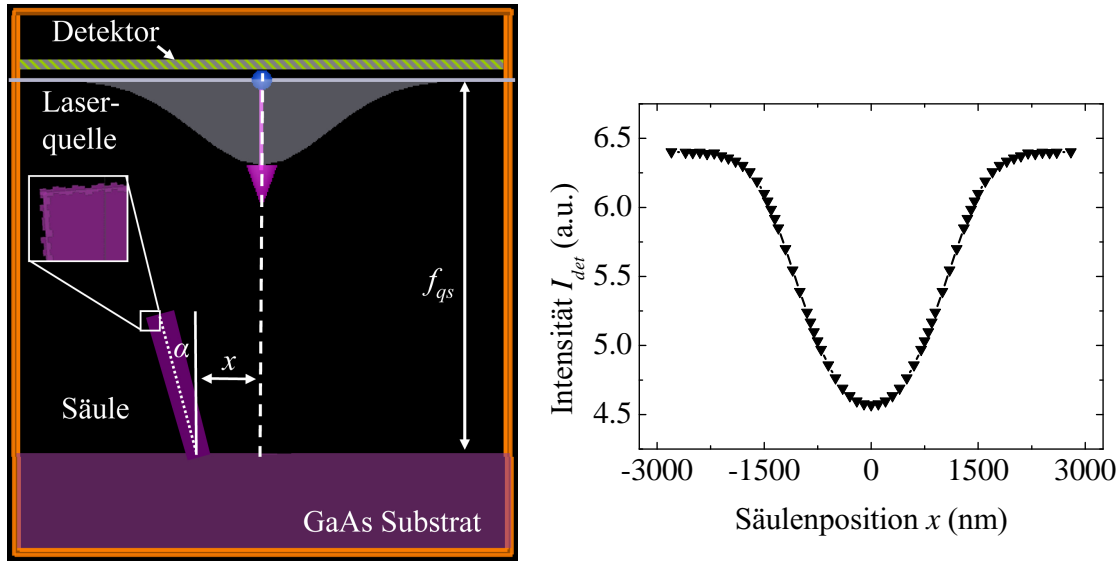


Abbildung 2.4: Links ist eine Skizze der *Lumerical* Software zur Analyse der zurückreflektierten Lichtintensität mit einer selbstmodulierten Oberflächenrauigkeit bestehend aus 5 nm großen Quadraten (siehe Vergrößerung weißes Rechteck) und rechts die Intensität I_{det} für $\alpha = 0$ in Abhängigkeit von x dargestellt (DC-Scan).

Simulationschritt maximal 10 Stunden) geschuldet. Es wird sowohl das Simulationsgebiet mit den „Mesh“-Einstellungen [58] wie auch die gewünschten Strukturen (GaAs-Säule und -Substrat) definiert. Die in der Simulation behandelte Säule hat folgende geometrische Abmessungen: Höhe $h = 5 \mu\text{m}$, Radius $r = 500 \text{ nm}$. Von der Laserquelle mit Gaußprofil startet das Licht in Richtung des Substrats. Wie im realen Experiment wird auch hier der Laserstrahl mit einer Laserwellenlänge von 405 nm, einer Fokallänge f_{qs} und einer Fokusbreite (Spotsize) w definiert. Das Licht wird nun an der GaAs-Säule und am Substratboden gestreut bzw. reflektiert. Die Lichtintensität I_{det} wird direkt hinter der Quelle im Detektor analysiert. Sie ergibt sich aus dem Integral über das Quadrat der elektrischen Feldverteilung auf dem Detektor. Die Intensität ist in Abbildung 2.4 rechts als Funktion der Säulenposition x dargestellt, wobei die Säule für $x = 0$ genau auf der optischen Achse des Laserstrahl sitzt. In diesem Fall ist die Säule nicht ausgelenkt $\alpha = 0$. Eine solche Messung wird im Folgenden als „DC-Scan“ bezeichnet. Bei $x = 0$ (blaue Symbole Abbildung 2.5) tritt aufgrund der Lichtstreuung der Säule ein wie zu erwartendes

Minimum in der rückreflektierten Intensität I_{det} auf. Befindet sich die Säule nun außerhalb des Lichtspots für $x > 2000\text{nm}$ bei einer Fokusbreite $w = 1\text{ }\mu\text{m}$ und einer Fokusslänge $f_{qs} = 15\text{ }\mu\text{m}$, so konvergiert die Intensität gegen die reine Lichtrückreflexion des Substratbodens. Neben der Ortsabhängigkeit hat auch eine Verkippung der Säule um einen Winkel α Einfluß auf die rückreflektierte Lichtintensität I_{det} . In

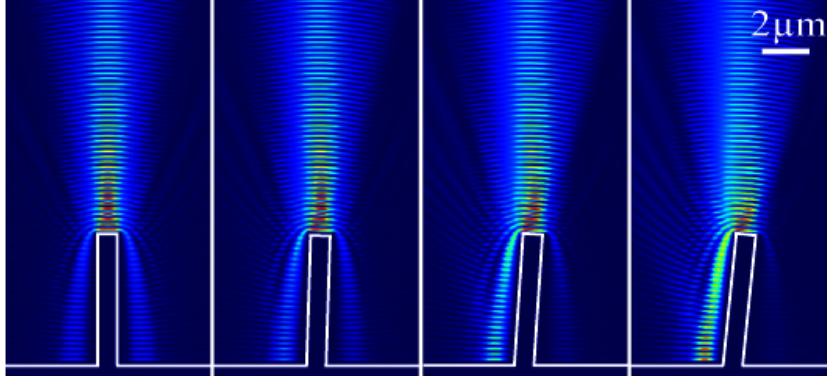


Abbildung 2.5: Intensitätsverteilung des Nahfelds mit $\alpha = 0^\circ$ bis 3° von links nach rechts. Die weißen Linien heben den Umriss der Säule hervor und die Farbkodierung ist für große Lichtintensität mit rot und für kleine mit blau gekennzeichnet.

Abbildung 2.5 ist bei fester Säulenposition $x = 0$ die Abhängigkeit des Nahfeldes vom Winkel α dargestellt. Dabei wird das Licht unterschiedlich stark gestreut, woraus auch eine Intensitätsänderung am Detektor zu erwarten ist. Aus diesem Grund wird sowohl die Säulenpositionen x wie auch der Winkel α variiert und anschließend die Intensität I_{det} bestimmt. Dies ist in Abbildung 2.6 links zusammengefasst.

Dabei liefert der Fall $x = 0$ ein erwartetes Ergebnis. Die Säule befindet sich auf der Symmetrieachse des Laserstrahls und es zeigt sich eine symmetrische Abhängigkeit vom Auslenkwinkel α . Um eine detaillierte Analyse der Intensitätsmodulation vorzunehmen, werden die Simulationsdaten (Abbildung 2.4 links) mit der folgenden Funktion genähert:

$$I_{det}(\alpha) = A + B\alpha + C\alpha^2. \quad (2.1)$$

Unter der Annahme eines harmonischen Oszillators mit der Eigenkreisfrequenz ω , lässt sich der Verkippungswinkel α als Funktion der Zeit t schreiben als

$$\alpha(t) = \alpha_0 \sin(\omega t) \quad \text{mit} \quad \alpha_0 = 3. \quad (2.2)$$

Einsetzen der Formel 2.2 in 2.1 und mit Verwendung von $\sin^2(\alpha) = \frac{1 - \cos(2\alpha)}{2}$ ergibt:

$$I_{det}(t) = A + \frac{C\alpha_0^2}{2} + B\alpha_0 \cdot \sin(\omega t) - \frac{C\alpha_0^2}{2} \cdot \cos(2\omega t). \quad (2.3)$$

Dies bedeutet, dass die zeitabhängige Intensitätsmodulation $I_{det}(t)$ sowohl einen Anteil $B\alpha_0$ hat, der mit der einfachen Eigenfrequenz und einen Anteil $\frac{C\alpha_0^2}{2}$, der mit

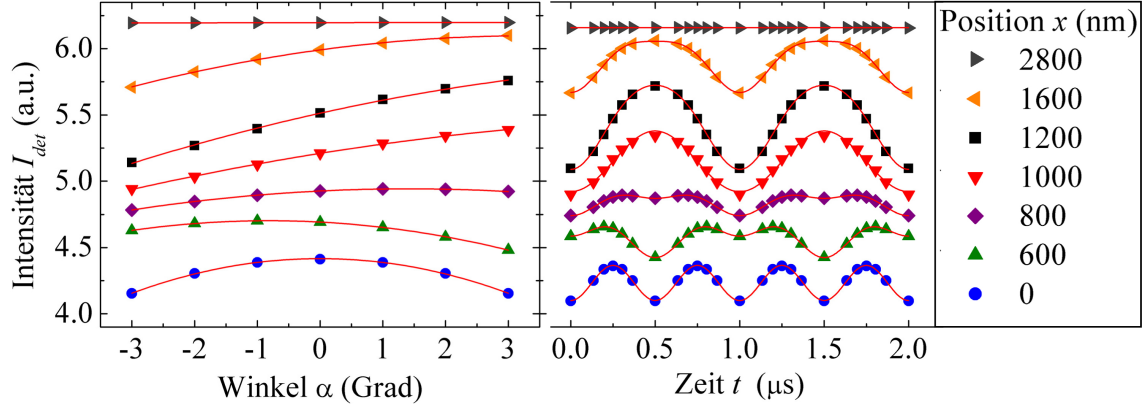


Abbildung 2.6: Links wird die Intensität am Detektor $I_{det}(\alpha)$ gezeigt, wobei für verschiedene Säulenpositionen x der Winkel α variiert wird. Die simulierten Werte sind mit einem Symbol gekennzeichnet und die roten Kurven entsprechen der angepassten Funktion (Fitfunktion) (Formel 2.1). Der rechte Graph zeigt für eine willkürlich gewählte Eigenfrequenz $f_0 = 1$ MHz der Säule die Intensität $I_{det}(t)$. In Abhängigkeit der Position sind sowohl Oszillationen der Intensität mit der einfachen wie auch zweifachen Frequenz ($x = 0$ nm) zu erkennen, dabei entsprechen die roten Kurven der Fitfunktion (Formel 2.3).

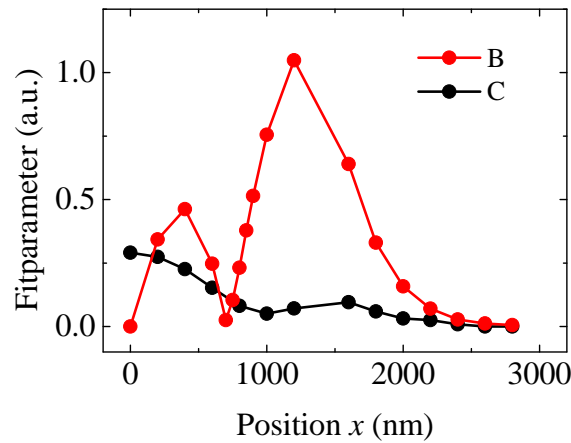


Abbildung 2.7: Abhängigkeit der Fitparameter B und C von der Position x

der doppelten Eigenfrequenz des Resonators oszilliert. Aus diesem Grund sind die Fitparameter B (linearer Term) und C (quadratischer Term) direkt proportional zur Amplitude der Intensitätsmodulation mit ω und 2ω . Werden diese Parameter als Funktion der Säulenposition x dargestellt (siehe Abbildung 2.7), so ergibt sich ein nicht trivialer Zusammenhang mit zwei lokalen Maxima des Parameters B . Somit lässt sich der Zusammenhang zwischen der Stärke der Intensitätsmodulation und der Position der Säule im Laserspot nicht, wie in erster Näherung zu vermuten wäre, durch die Steigung des DC -Signal an der Position x ausdrücken. Dieses nicht-triviale Verhalten wurde mittels weiterer Simulationen überprüft, wobei sowohl die Säulengeometrie den realen GaAs-Säulen angepasst wurde, indem die Unterkehligkeit sowie ein stetiger Übergang von Substratboden zur Säule berücksichtigt wurde (zum Vergleich siehe Abbildung 2.2). Des Weiteren wurde die Numerische Aperatur NA auf 0.95 wie im experimentellen Aufbau eingestellt. Aufgrund der dadurch verursachten längeren Simulationszeiten wurden die zuvor beschriebenen Simulationen stichweise durchgeführt. Die nichtintuitive örtliche Verteilung des Messsignals mit einfacher wie auch doppelter Frequenzabhängigkeit wurde sowohl bei der größeren NA wie auch bei den geometrischen Änderungen der Säule beobachtet. Ob sich diese Charakteristiken auch im Experiment zeigen wird im folgenden Unterkapitel untersucht.

2.4 Experimentelle Charakterisierung der Detektionsmethode

Wie in der Abbildung 2.3 links gezeigt wurde, befindet sich in der Vakuumkammer eine Nanopositioniereinheit der Firma *attocube*. Mit dieser Einheit ist es möglich, mit ca. 120 nm großen Schritten die Probe unter dem optischen Mikroskop zu positionieren, dies entspricht der Säulenposition x in den zweidimensionalen FDTD-Simulationen. Im Experiment sind dreidimensionale Abrasterungen der Probe im Laserstrahl möglich. Mit der Z -Richtung wird die Fokusebene verändert und die X - und Y -Richtung entspricht einer zweidimensionalen Positionsänderung bei gleichbleibender Fokushöhe. Die Funktionsweise der Positioniereinheit beruht auf dem sogenannten „Slip-Stick“ Prinzip [59]. Eine exakte wiederholbare Schrittweite ist mit diesen Motoren nicht möglich, so treten Abweichungen der Schrittweite in Abhängigkeit der Rasterrichtung auf. Aus diesem Grund sind Markierungen auf dem Feld wichtig, um das reale Bild bestmöglich zu rekonstruieren.

Zu diesem Zweck ist in Abbildung 2.8 a) eine REM-Aufnahme gezeigt. Als Markierungen dienen hier die geraden Seitenwände in Y -Richtung sowie eine weitere Säule in definierten Abständen. Wie in den FDTD-Simulationen liegt der Fokus auf dem Substratboden der Probe. In Abbildung 2.8 b) werden die GaAs-Säulen nicht getrieben, sodass dies der FDTD-Simulation mit $\alpha = 0$ entspricht (DC -Signal).

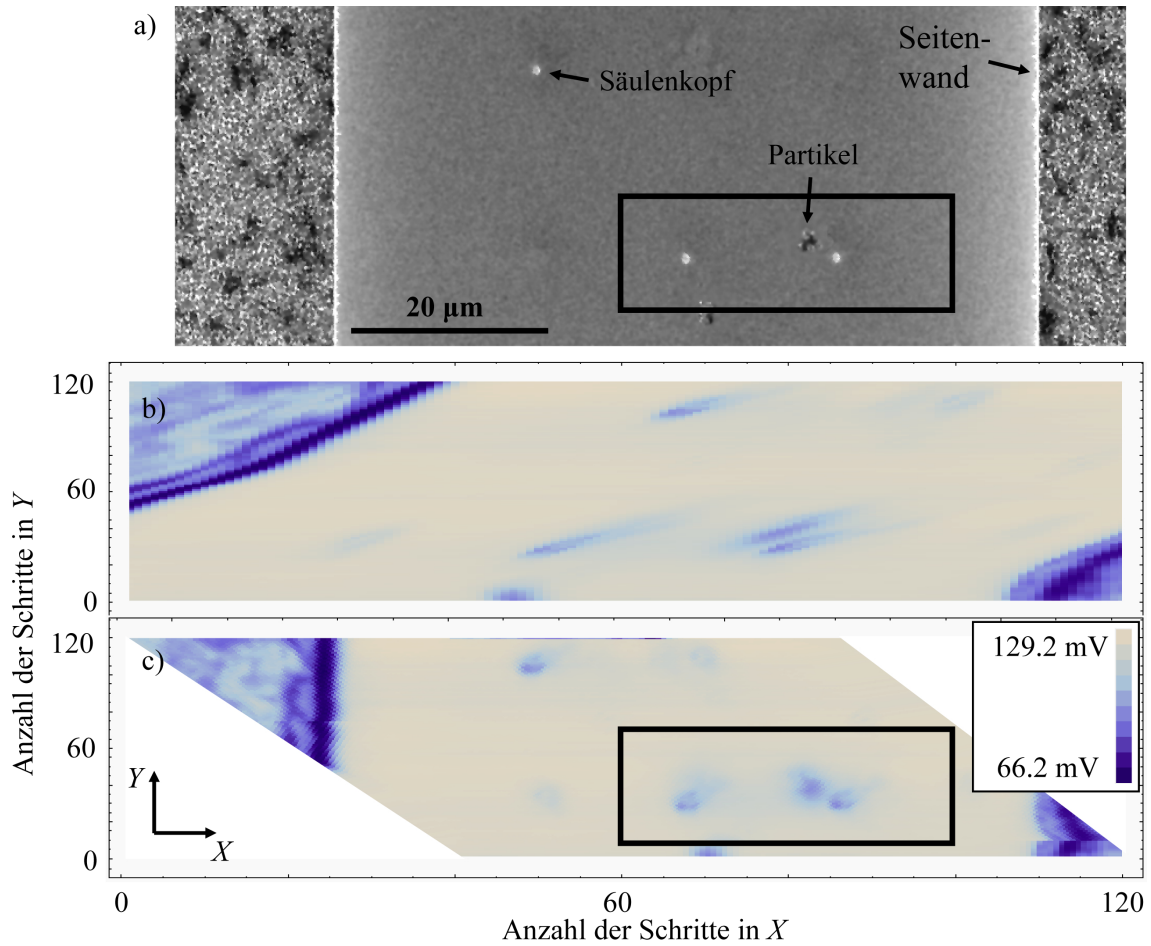


Abbildung 2.8: In a) ist die rasterelektronenmikroskopische Draufsicht der Proben, in b) ist die X -, Y -Abhängigkeit der rückreflektierten Signalstärke (DC -Signal) für nicht ausgelenkte Säulen mit einer bereits ausgeführten Y -Korrektur und in c) ist das X - und Y -korrigierte DC -Signals abgebildet. Das schwarze Rechteck markiert in a) und c) gleiche Bereiche auf der Probe. In diesem befinden sich zwei Säulen sowie ein Partikel.

Dabei ist die Y -Richtung (langsame Scanachse) bereits korrigiert. Die zusätzliche X -Korrekturen wurden anhand der Orientierung zur geraden Seitenwand bewerkstelligt (Abbildung 2.8 c)). Die zwei Säulen, welche sich im schwarzen Rechteck der Abbildung 2.8 c) befinden, werden nun genauer untersucht. Dazu wird der Rasterbereich des DC -Signal zwecks einer besseren Vergleichsmöglichkeit noch einmal vergrößert in der Abbildung 2.9 a) dargestellt. Zu erkennen ist eine Erniedrigung des DC -Signals an den Säulenpositionen, jedoch ist die Breite des DC -Minimums ($W \approx 3 \mu\text{m}$) wesentlich größer als der Säulendurchmesser ($2R = 500 \text{ nm}$). Somit ist die exakte Bestimmung der Säulenposition nicht eindeutig bestimmbar. Nun werden die Säulen mittels Scherpiezo zu Schwingungen angeregt. Dazu wird an jeder Säulenposition (X, Y) die Treibefrequenz f variiert und die Signalantwort ($I_{det}(f)$) analysiert. Dies wird im Unterkapitel 2.5.2 erklärt und ein repräsentativer Resonanzkurvenverlauf des Messsignals ist im Bildeinsatz der Abbildung 2.16 rechts dargestellt. In diesem Unterkapitel werden alle Messungen bei einem Umgebungsdruck $p < 10^{-3}$ durchgeführt. Umgebungsdruckvariationsuntersuchungen werden im Unterkapitel 2.5.4 beschrieben.

Aus den Resonanzkurvendaten, welche an jeder Säulenposition (X, Y) gemessen werden, werden die Eigenfrequenzen f_1 und f_2 (Abbildung 2.9 c) der beiden Säulen sowie deren Signalstärke $I_{det}(f_1)$ und $I_{det}(f_2)$ ((Abbildung 2.9 b)) gewonnen. Wie bereits bei den FDTD-Simulationen beschrieben, können mehrere lokale Maxima als Funktion der Position auftreten. Dies ist auch im Experiment wiederzufinden. Der Detektionsbereich, d.h. der Bereich mit einem Messsignal I_{det} über dem Rauschen, erstreckt sich über mehrere Mikrometer. Dies hat den Vorteil einer leichten Signalsuche sowie Positionierung der Säule im Laserspot. In Abbildung 2.9 c) ist die Eigenfrequenzverteilung $f_1(X, Y)$ und $f_2(X, Y)$ dargestellt, sie wird ebenfalls aus den Resonanzkurven bestimmt. Innerhalb der farblich zusammenhängenden Bereiche sind Schwingungen der Säule detektierbar und außerhalb dieses Bereichs ist keine Resonanzkurve messbar und somit kann auch keine eindeutige Eigenfrequenz gefunden werden. Die linke Säule besitzt eine Eigenfrequenz von $f_{1,min} = 891 \text{ kHz}$ und die rechte Säule von $f_{2,min} = 926,9 \text{ kHz}$. Bei genauerem Betrachten ist eine Frequenzverschiebung innerhalb der einzelnen Bereiche erkennbar. Dies zeigt den Einfluss der Laserleistung $P_{spot} = 200 \mu\text{W}$ und der damit verbundenen Erwärmung des Substrats, wodurch ein Erniedrigung der Eigenfrequenz zustande kommt.

Es wurde gezeigt, dass die Probengeometrie mit der X -, Y -Korrekturen rekonstruiert werden kann. Im Folgenden wird aufgrund der Messzeitreduzierung auf diese Korrektur verzichtet, wodurch kleinere Bereiche ohne Markierungen abgerastert werden können. In Abbildung 2.10 sind nicht korrigierte Abrasterungen einer Säule (Bildmitte) mit 50×50 Schritte in X -, Y -Richtung abgebildet.

Dies bedeutet, dass an jeder (X, Y)-Koordinate mehrere Messungen (siehe Abbildung 2.10) durchgeführt werden. Das DC -Signal ist die bereits erwähnte rückreflektierte Lichtleistung mit einer GaAs-Säule in der Mitte und die ersten Ansätze der geraden Seitenwandbegrenzung sind erkennbar. Das Messsignal $I_{det}(f_0)$ ist bei der Eigenfrequenz $f_0 = 950 \text{ kHz}$ der Säule ausgewertet. Wie die FDTD-Simulationen

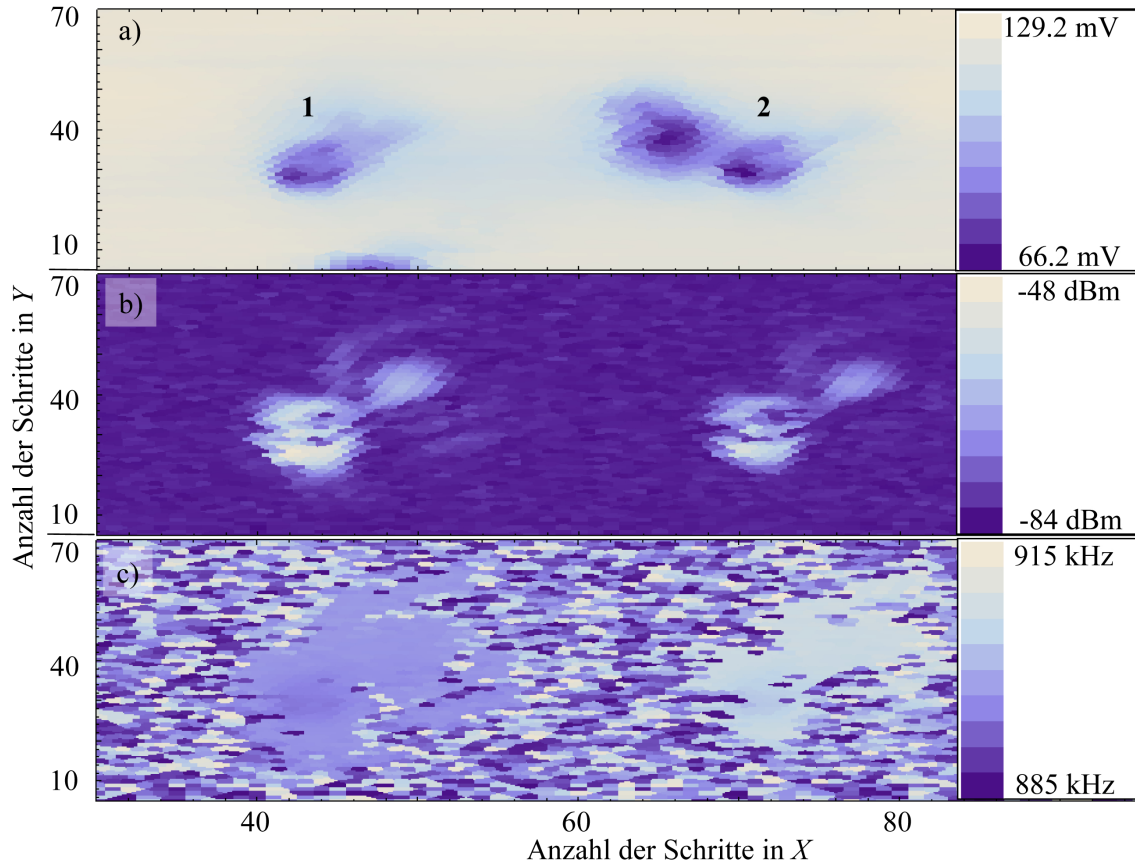


Abbildung 2.9: In a) ist der Ausschnitt des DC -Signals (schwarzes Rechteck aus Abbildung 2.8 c)) mit zwei Säulen sowie einem dazwischen liegenden Partikel erkennbar. In b) ist die Signalstärke $I_{det}(f_1)$ und $I_{det}(f_2)$ bei den beiden Eigenfrequenzen der Säulen f_1, f_2 und in c) die Eigenfrequenzverteilung $f(X, Y)$ der Säulen in Abhängigkeit der Säulenposition dargestellt.

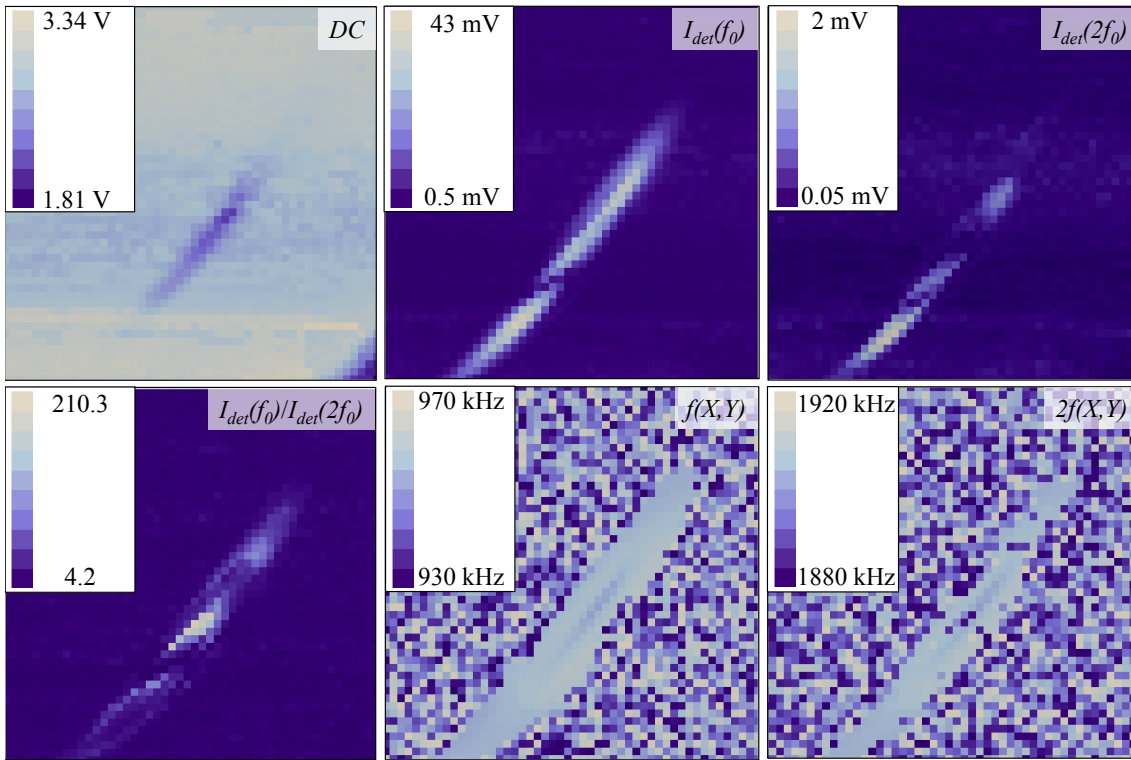


Abbildung 2.10: Darstellung verschiedener Messgrößen DC , $I_{det}(f_0)$, $I_{det}(2f_0)$, $I_{det}(f_0)/I_{det}(2f_0)$, $f(X,Y)$, $2f(X,Y)$ für eine 50 x 50 Rasterabbildung

zeigten, sollte auch bei der doppelten Frequenz eine Lichtmodulation auftreten. Aus diesem Grund wurde bei der doppelten Treibfrequenz gemessen und die Signalstärke $I_{det}(2f_0)$ ausgewertet. Da einseitig eingespannte Resonatoren untersucht werden, kann im Gegensatz zu doppelseitig eingespannten ausgeschlossen werden, dass die Obermode des Resonators das $2f_0$ Signal verursacht. Wie in der Abbildung zu erkennen ist, tritt wie in den Simulationen vorhergesagt, ein Messsignal bei $2f_0 = 1.9$ MHz auf. Die Signalstärke bei $2f_0$ ist wesentlich kleiner als die bei f_0 . Das Verhältnis $I_{det}(f_0)/I_{det}(2f_0)$ zeigt dieses Verhalten mit einem maximalen Verhältnis von mehr als 200. Die Frequenzverteilung $f(X, Y)$ und $2f(X, Y)$ zeigt den bereits erwähnten Einfluss der Erwärmung durch die Laserintensität ($P_{spot} = 500 \mu\text{W}$).

Eine höhere Laserleistung bedeutet auch ein größeres Messsignal [41] und wie schon

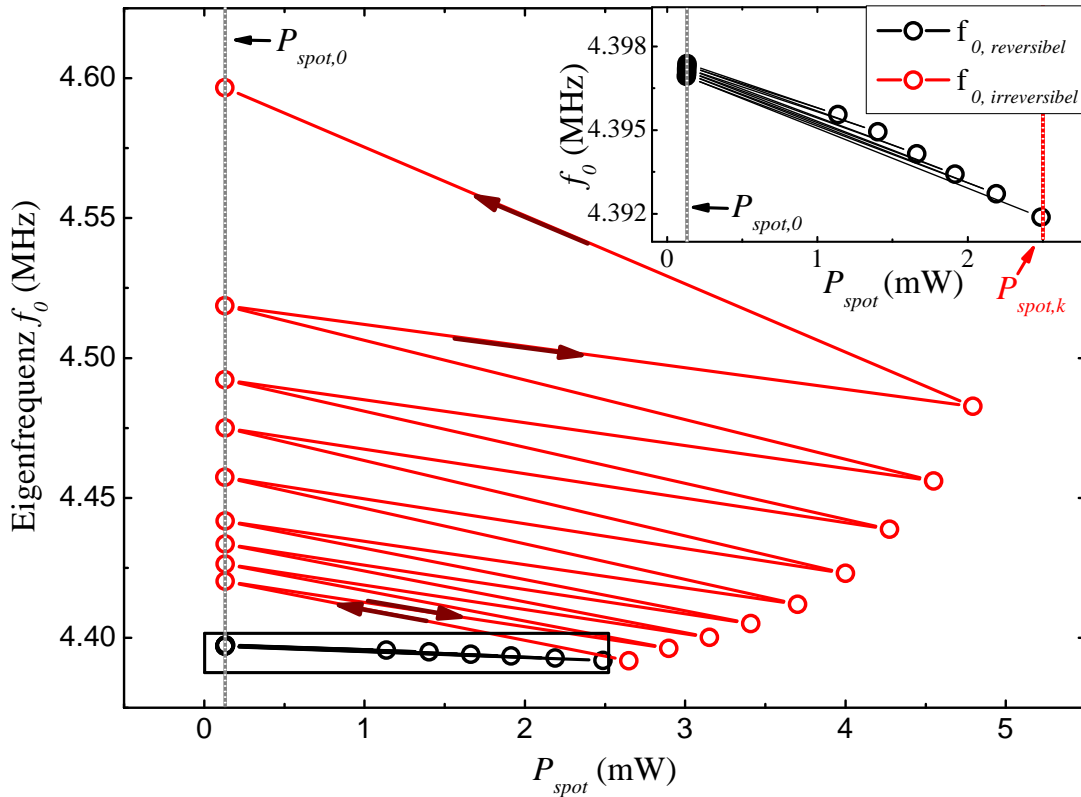


Abbildung 2.11: Eigenfrequenz in Abhängigkeit der Laserspotleistung P_{spot} mit der Unterteilung in reversible und irreversible Bereiche

bei konstanter Laserleistung aufgefallen ist, sinkt die Eigenfrequenz aufgrund von möglichen Erwärmungen. Dieser Einfluss wird nun genauer untersucht. Dafür wird die Säulenposition (X, Y - Koordinate) bei der größten Signalstärke I_{det} festgehalten und die Laserleistung wird beginnend mit einer Ausgangslaserleistung $P_{spot,0} = 130 \mu\text{W}$ sukzessive erhöht. Falls der Prozess durch den Wärmeeintrag des Laserspots

verursacht wird, können sowohl reversible (reine Erwärmung) wie irreversible Prozesse (Materialabtrag, inelastische Verformungen) auftreten. Um dies zu untersuchen wird nach jeder Laserleistungserhöhung der Ausgangswert $P_{spot,0}$ der Leistung wieder eingestellt. Sobald sich die Säule wieder im thermischen Gleichgewicht befindet, sollte sich im Falle einer reversiblen Erwärmung auch die Ausgangseigenfrequenz $f_{0,0} = 4.397$ MHz wieder einstellen. In Abbildung 2.11 ist das Ergebnis solch einer Messung gezeigt. Dabei können die Messdaten in zwei Bereiche unterteilt werden. Der erste beschreibt die reversible Eigenfrequenzverschiebung $f_{0,reversibel}$ und ist im Einschub der Abbildung 2.11 noch einmal vergrößert dargestellt. Wird nun die Laserleistung weiter erhöht, d.h. eine höhere Leistung als die kritische Laserleistung $P_{spot,k} \approx 2.5$ mW, dann verändert sich das Verhalten entscheidend. Anstatt dem vorherigen Trend steigt die Eigenfrequenz bei einer $P_{spot} > P_{spot,k}$. Wird nun die Laserleistung wieder auf $P_{spot,0}$ reduziert, so liegt die Eigenfrequenz deutlich über der Ausgangseigenfrequenz $f_{0,0}$. Aufgrund dieser Tatsache wird dieser Bereich als irreversibel $f_{0,irreversibel}$ bezeichnet und ermöglicht eine nachträgliche Verstimmung der Eigenfrequenz. In diesem Fall konnte die Eigenfrequenz um 5 Prozent angehoben werden ohne die mechanische Güte negativ zu beeinträchtigen.

Die irreversiblen Veränderungen treten bei ausreichend großer Laserleistung und die Frequenzverschiebungen hängen sowohl von der Laserleistung wie auch von der Dauer der Bestrahlung ab. Um die irreversiblen Veränderungen sichtbar zu machen, wurden verschiedene Säulen mit der maximalen Laserleistung $P_{spot} = 5$ mW für einige Minuten bestrahlt und im Folgenden im REM untersucht (siehe Abbildung 2.12). Um solche Verformungen zu vermeiden, wurde bei allen weiteren Messungen die Laserleistung unterhalb der kritischen Leistung $P_{spot,k}$ gehalten.

2.4.1 Sensitivität der Reflexionsdetektion

Nachdem die Funktionsweise der Reflexionsdetektion sowohl experimentell wie auch anhand von Simulationen überprüft wurde, wird nun bei gleichbleibender Laserleistung und fester Säulenposition die Antriebsleistung des Piezos U_{Piezo} variiert und gegen das spektrale Messsignal $U(f) = I_{det}(f)$ dargestellt (siehe Abbildung 2.13 links). Der Zusammenhang zwischen $U(f_0)$ und U_{Piezo} ist linear (Abbildung 2.13 rechts), wobei f_0 die Eigenfrequenz der GaAs-Säule ist. Dies bedeutet, dass sowohl der Antrieb wie auch die Detektion für größer werdende Amplituden eine lineare Antwort liefern.

Jedoch lassen sich aus diesen Daten weder absolute Auslenkungen des Resonators noch die Sensitivität bzw. die Empfindlichkeit des Messaufbaus ermitteln. Dabei sind diese Größen von entscheidender Bedeutung in Bezug auf sensorische Anwendungen. Um nun die Sensitivität zu bestimmen, wird das Äquipartitionstheorem der Thermodynamik verwendet. Dabei werden die thermische und die potentielle

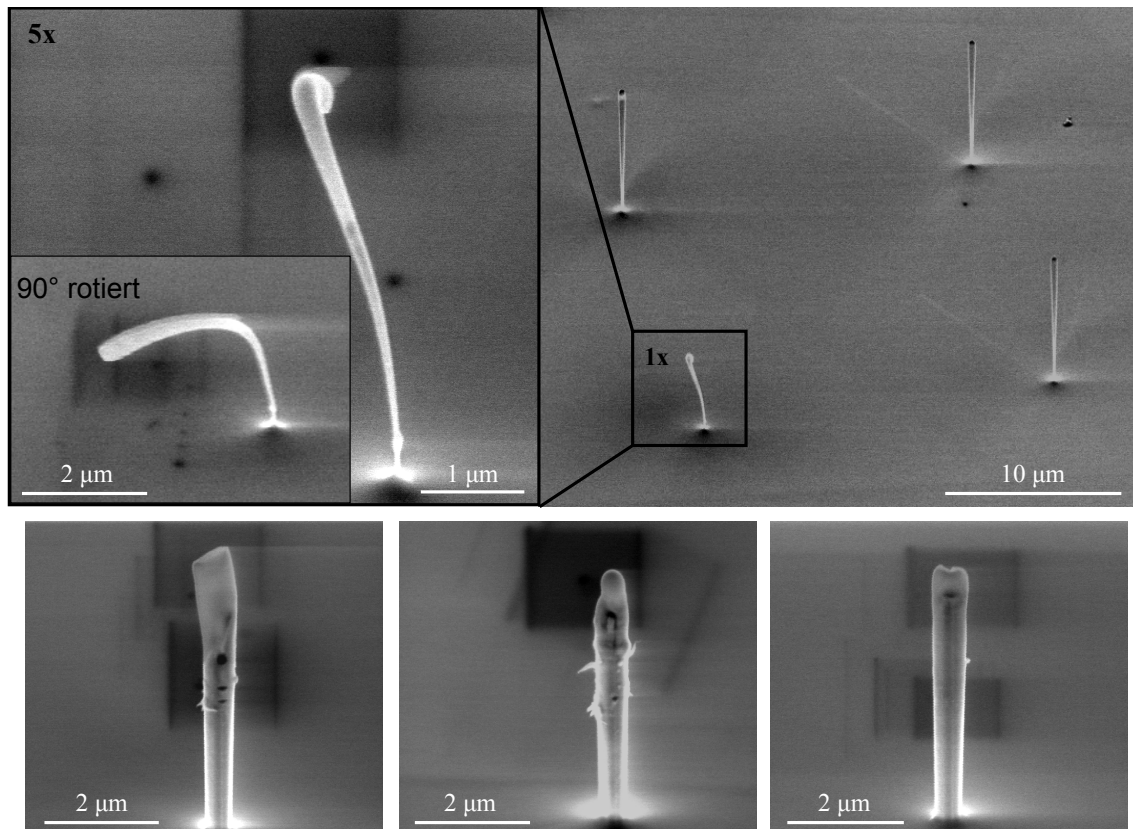


Abbildung 2.12: REM-Aufnahmen von GaAs-Säulen zur Verdeutlichung der reversiblen wie auch irreversiblen Veränderungen aufgrund der Laserleistung. Oben rechts sind sowohl reversibel wie eine irreversibel (im schwarzen Kasten) veränderte Säulen dargestellt. Links davon befindet sich in 5-facher Vergrößerung dieser Säule sowie eine horizontale Rotation der Probe um 90°. Die unteren drei Säulen zeigen ein unterschiedliches Ausmaß an irreversiblen Veränderungen.

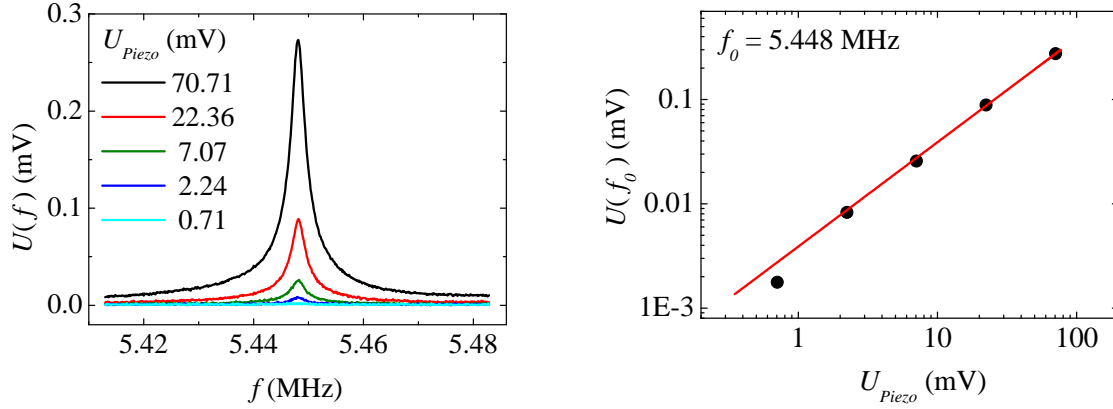


Abbildung 2.13: Links sind die Resonanzkurven einer GaAs-Säule mit $f_0 = 5.448$ MHz bei unterschiedlichen Piezoantriebsleistungen U_{piezo} und rechts die Scheitelwerte $U(f_0)$ mit einer linearen Funktion (rote Kurve) dargestellt.

Energie des Resonators wie folgt verknüpft

$$\frac{k \langle x(t)^2 \rangle}{2} = \frac{k_B T}{2}, \quad (2.4)$$

wobei k die Federhärte des Resonators, $\langle x(t)^2 \rangle$ die mittlere quadratische Auslenkung, k_B die Boltzmann Konstante und T die Temperatur des Balkens ist. Die Federhärte kann aufgrund der gemessenen Eigenfrequenz und der Geometrie bestimmt werden (detaillierte Beschreibung siehe Unterkapitel 2.6.6). Die Temperatur des Aufbaues ist Raumtemperatur $T_R = 300$ K. Aufgrund der Lasereinstrahlung kann diese jedoch lokal erhöht werden, wie z.B. in der Abbildung 2.12 eindrucksvoll demonstriert. Um eine obere Abschätzung der lokalen Resonatortemperatur zu erhalten, wird angenommen, dass die nicht reflektierte Laserleistung absorbiert und ausschließlich in Wärmeenergie umgewandelt wird. Die Rückseite der Probe ist thermisch kontaktiert, d.h. die Temperatur entspricht der Raumtemperatur T_R (Dicke der Probe = $500 \mu\text{m}$). Die restlichen Seitenwände der Probe sowie die Oberfläche der Säulen befinden sich im Vakuum und werden als thermisch isolierend angenommen, was zur Folge hat, dass die Wärmeleitung ausschließlich über das Substrat stattfindet. In Abbildung 2.14 ist nun die Erwärmung des Substrat für unterschiedliche Stellen der Heizleistung (Wärmedeponierung) Q_{laser} mittels Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulationen dargestellt. Diese FEM-Simulationen wurden mit der Software der Firma *Comsol* durchgeführt.

Dabei wurde angenommen, dass 60 Prozent der Laserleistung $P_{spot} = 160 \mu\text{W}$ in Wärmeenergie umgewandelt wird. Bei einem Fokusradius von $w = 500$ nm entspricht dies einem Wärmefluss $Q_{laser} \approx 10^8 \text{ W/m}^2$. Wie in der Abbildung 2.14 zu erkennen ist, zeigt die Erwärmung $T - T_R$ am Säulenkopf maximal 10 Prozent Veränderung gegenüber der Raumtemperatur und am Säulentrumpf, welcher bei einer

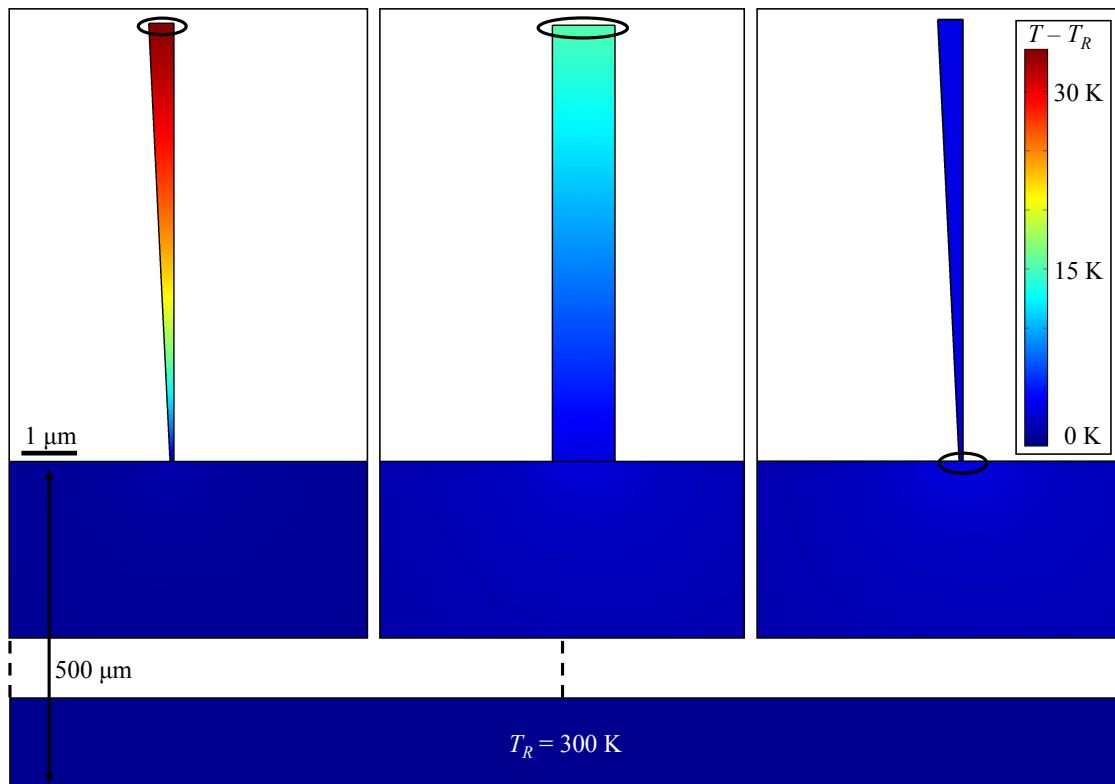


Abbildung 2.14: FEM-Simulation der Wärmeleitung. Daraus ergeben sich die Temperaturverläufe für verschiedene Säulengeometrie und verschiedener Positionierung der Heizleistung Q_{laser} (markiert mit schwarzer Ellipse) mit den GaAs-Materialparametern: Wärmekapazität = $360\text{ J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$, thermische Leitfähigkeit = $48\text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ [60], Dichte = $5307\text{ kg}/\text{m}^3$ [61].

Schwingung die mechanische Verbiegung erfährt, ca. 1 Prozent. Andere Geometrien, wie auch die direkte Wärmedeponierung am Säulenrumpf, führen zu kleineren Temperaturänderungen (siehe Abbildung 2.14). Da dies eine obere Abschätzung ist, darf bei der eingestellten Laserleistung die Erwärmung der Probe vernachlässigt werden. Jedoch zeigen FEM-Simulationen mit höheren Laserleistungen durchaus lokale Säulentemperaturen von über 1000 K. Die Schmelztemperatur von GaAs liegt bei $T_S = 1238$ K. Damit können die nichtreversiblen Veränderungen der Säulen (siehe Abbildung 2.12) aufgrund der lokalen Erwärmung erklärt werden.

Da nun die Raumtemperatur T_R des Resonators angenommen wird, kann unter der Ausnutzung der Eigenschaft $\int d\omega x^2(\omega) = \int dt x^2(t)$ der Laplace-Transformation folgender Zusammenhang formuliert werden

$$\langle x^2(t) \rangle \propto \int_0^\infty d\omega x^2(\omega), \quad (2.5)$$

wobei $x(\omega)$ die spektrale Amplitudenantwort des Resonators und proportional zum gemessenen Signal $I_{det}(\omega) = U(\omega)$ ist. Im Fall des thermischen Rauschens wird der Balken durch die thermische Kraft getrieben. Dabei wird angenommen, dass in einem Frequenzintervall df das Quadrat der thermischen Kraft mit einer konstanten spektralen Dichte S gleich $F_{th,w}^2 = Sdf \propto x^2(\omega)$ ist [62]. Da $x^2(\omega)$ von der Messbandbreite df abhängt, wird das Signal $U^2(\omega) \propto x^2(\omega)$ durch die Bandbreite geteilt, um anschließend das Integral $\int_0^\infty d\omega (U^2(\omega)/df)$ zu bestimmen. Aus den Gleichungen 2.4 und 2.5 und mit einer Transformationskonstanten F lässt sich folgender Zusammenhang bilden

$$\langle x^2(t) \rangle = \int_0^\infty d\omega (U^2(\omega)/df) = F^2 \cdot \frac{k_B T}{k}. \quad (2.6)$$

F hat die Einheiten V/m und ermöglicht nun die Umrechnung von $U(\omega)/\sqrt{df}$ in $(U(\omega)/\sqrt{df}) \cdot F^{-1}$, was der absoluten Amplitude pro Messbandbreite entspricht.

In Abbildung 2.15 ist die thermische Bewegung in pm/Hz^{1/2} der GaAs-Säule dargestellt. Aus dieser Messung lässt sich die Sensitivität S des Messaufbaus bestimmen. Sie ist durch das Rauschniveau begrenzt und beträgt $S = 6$ pm/Hz^{1/2}. Abschließend werden die Sensitivitäten veröffentlichter Detektionsmethoden für einseitig eingespannte Nanoresonatoren bei Raumtemperatur verglichen. Bei vergleichbaren Laserleistungen wurden Empfindlichkeiten von 0.2 pm/Hz^{1/2} für Hochfines-Mikrokavitätsoptik [17], 0.5 pm/Hz^{1/2} für interferometrische [56] und 2.8 pm/Hz^{1/2} für nicht interferometrische Detektion [19] erzielt. Somit besitzt die Reflexionsdetektion eine etwas schlechtere Sensitivität, jedoch ermöglicht der experimentelle Aufbau eine schnellere Detektion für senkrecht auf dem Substrat stehende Säulen. Des Weiteren ist die Sensitivität ausreichend für die in dieser Doktorarbeit vorgestellten Messungen.

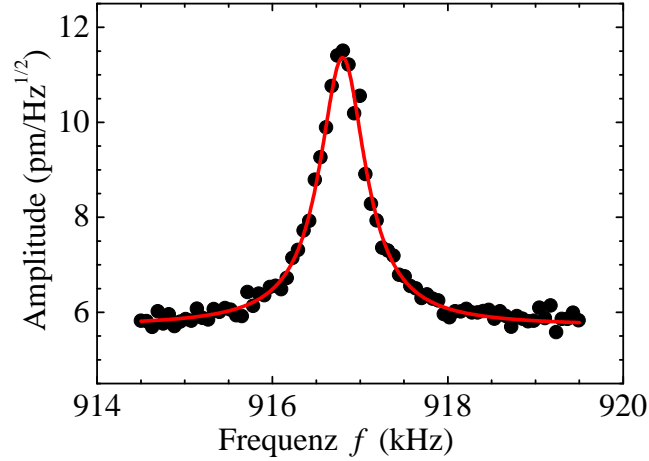


Abbildung 2.15: Spektrum der thermischen Bewegung einer Säule mit $h = 7 \mu\text{m}$, $r = 76 \text{ nm}$ und $R = 255 \text{ nm}$, bei einer Laserleistung $P_{\text{spot}} = 160 \mu\text{W}$, einer Messbandbreite $df = 10 \text{ Hz}$ und über 500 Messungen gemittelt

2.5 Mechanische Charakterisierung

2.5.1 Einleitung und Motivation zum nanomechanischen Antrieb

Neben der Detektion nanomechanischer Systeme 2.2.1 ist die Anregung von resonanten Schwingungen eine weitere große Herausforderung der Wissenschaft. Beides ist Voraussetzung für die mechanische Charakterisierung. Aus diesem Grund wurde in den letzten Jahren eine große Vielfalt an unterschiedlichen Antriebsmechanismen entwickelt. So zählen magnetomotiven- [8], kapazitiven- [9] und dielektrischen Gradientenfeld-Antriebsmechanismen [10] zu den „on-chip“-Antriebsmethoden. Mit piezoelektrischen Materialien lassen sich unter Ausnutzung des piezoelektrischen Effekts Schwingungen anregen [63]. Die Vorteile dieser Methoden sind die individuelle und effiziente Ansteuerung jedes einzelnen Resonators. Jedoch sind diese Antriebsmechanismen ungeeignet für senkrecht auf dem Substrat stehende Säulen. Außerdem wird bei der On-Chip-Anregung eine individuelle elektronische Verbindung jedes einzelnen Elements benötigt, was die Kosten und die Komplexität der Herstellungs- und Auswerteverfahren erhöht.

Externe Antriebsmechanismen wie der photothermisch induzierte Antrieb [11] benötigen doppelt beschichtete Materialien. Im Fall eines leitenden Resonators lässt sich mittels externer Elektroden aufgrund von elektrostatischen Wechselwirkungen [12] ein Antrieb realisieren, welcher jedoch den unerwünschten Effekt mit sich bringt, in Abhängigkeit von der angelegten Spannung, die Federhärte und damit die Eigenfrequenz zu verschieben [22]. Dadurch wird das Bestimmen der intrinsischen Ei-

enschaften des Resonators erschwert. Ein anderer vielversprechender und in dieser Arbeit verwendeter externer Antrieb ist das Aufbringen der Probe auf einen piezoelektrischen Kristall (Piezo)[13] - [16]. In bisherigen Veröffentlichungen wurden mittels dieser Methode mechanische Resonatoren jeweils über einen relativ kleinen Frequenzbereich (weniger als eine Größenordnung) getrieben. In dieser Arbeit wird gezeigt, dass ein Scherpiezo die Anregung von Eigenfrequenzen über mehr als drei Größenordnungen ermöglicht. Der Antrieb mit Hilfe eines Volumenpiezo hingegen, wurde in den zwei Arbeiten [64], [65] untersucht. Obwohl der Piezoantrieb viele Vorteile bietet, ist er weitgehend unerforscht. Er funktioniert für alle Resonatormaterialien, auch bei tiefen Temperaturen (< 10 Kelvin) und beeinträchtigt nicht die mechanischen Eigenschaften des Resonators, wodurch die intrinsischen Materialparameter wie der Elastizitätsmodul oder die Dämpfung [66], [67] bestimmt werden können. Ein weiterer entscheidender Vorteil des Piezos kann die gleichzeitige Anregung der gesamten Probe (globaler Antrieb, siehe Kapitel 3) sein.

2.5.2 Experimentelle Bestimmung der Eigenfrequenzen

Nachdem im Unterkapitel 2.3 die Frage nach dem Detektionsmechanismus verfolgt und im Unterkapitel 2.4.1 die Detektionssensitivität beschrieben wurde, werden in diesem Abschnitt die experimentellen Ergebnisse der mechanischen Charakterisierung einzelner Säulen vorgestellt. Aufgrund der speziellen Form der Säulen (invertiert konischer Zylinder), wird im Unterkapitel 2.6 die genaue theoretische Beschreibung der Eigenfunktion und ihrer Eigenfrequenz geliefert. An dieser Stelle nehmen wir einfachheitshalber einen Zylinder mit dem Radius r an, dessen Eigenkreisfrequenz ω der Grundmode [24] sich nach der Euler-Bernoulli Theorie wie folgt ergibt

$$\omega = 1.758 \sqrt{\frac{E}{\rho}} G_{EB} \quad \text{mit} \quad G_{EB} = \frac{r}{h^2}, \quad (2.7)$$

wobei E der Elastizitätsmodul und ρ die Dichte des Materials ist. Mit G_{EB} wird der Geometriefaktor nach der Euler-Bernoulli-Balkentheorie für Zylinder bezeichnet. Der Radius am Fuß der Säule wird mit r und die Höhe mit h bezeichnet (siehe Abbildung 2.16 links). Der funktionale Zusammenhang zwischen G_{EB} und einem Zylinder mit nicht konstanter Querschnittfläche wird in Unterkapitel 2.6 behandelt. Die Eigenfrequenz kann auch, wie in der Literatur [50], [51], [52] beschrieben, durch direkte Abbildung im REM bestimmt werden. In Abbildung 2.16 links ist solch eine Messung dargestellt. Wie schon in Unterkapitel 2.2.2 beschrieben, eignet sich für nichtinvasive Messreihen die optische Reflexionsdetektion. Dazu wurden 60 GaAs-Säulen Geometrien im REM einzeln vermessen. Aus diesen Messgrößen ergibt sich der Geometriefaktor. Die zweite Messgröße ist die Eigenfrequenz der einzelnen

Säulen, welche im optischen Aufbau bei einem Umgebungsdruck $p < 10^{-3}$ mbar gemessen. Eine ausführliche Beschreibung der Messsignaloptimierung sowie der Messtechnik kann in den Arbeiten [40] und [41] nachgeschlagen werden. Das zustande kommende Messsignal mit der angepassten Lorentzfunktion (Lorentzfit, rote Kurve) ist in Abbildung 2.16 rechts im Einsatz zu erkennen. Mittels dieser Messung wird die Eigenfrequenz $f = \omega/2\pi$ für jede einzelne Säule bestimmt und gegen seinen Geometriefaktor dargestellt (Abbildung 2.16 rechts). Bei diesem Datensatz wurden die Säulengeometrien über einen großen Bereich variiert. Eine intuitivere Geometriegröße ist das Aspektverhältnis $K = r/h$, welches zwischen 0.002 und 0.3 liegt. Zur Verdeutlichung der extremen Geometrien wird dieses Aspektverhältnis mit den höchsten Gebäuden der Welt verglichen. Das World Trade Center besaß ein Aspektverhältnis von 0.12. Um das kleinste der GaAs-Aspektverhältnisse zu erreichen, müsste das Burdch Chalifa in Dubai (ohne Antenne) verkehrt herum auf seiner Spitze stehen. Die Antriebsamplitude des Scherpiezos wurde nicht direkt vermessen, jedoch lassen die gemessenen Resonanzkurven aufgrund der guten Übereinstimmung mit dem Lorentzfits (siehe Abbildung 2.16 links) auf einen linearen Resonator und eine konstante Treibeamplitude innerhalb des Messfrequenzbereiches schließen. Des Weiteren konnte aufgrund der Säulengeometrieviation gezeigt werden, dass sowohl der Antrieb wie auch die Detektion über drei Größenordnungen von 100 kHz - 100 MHz funktionieren (siehe Abbildung 2.16 rechts).

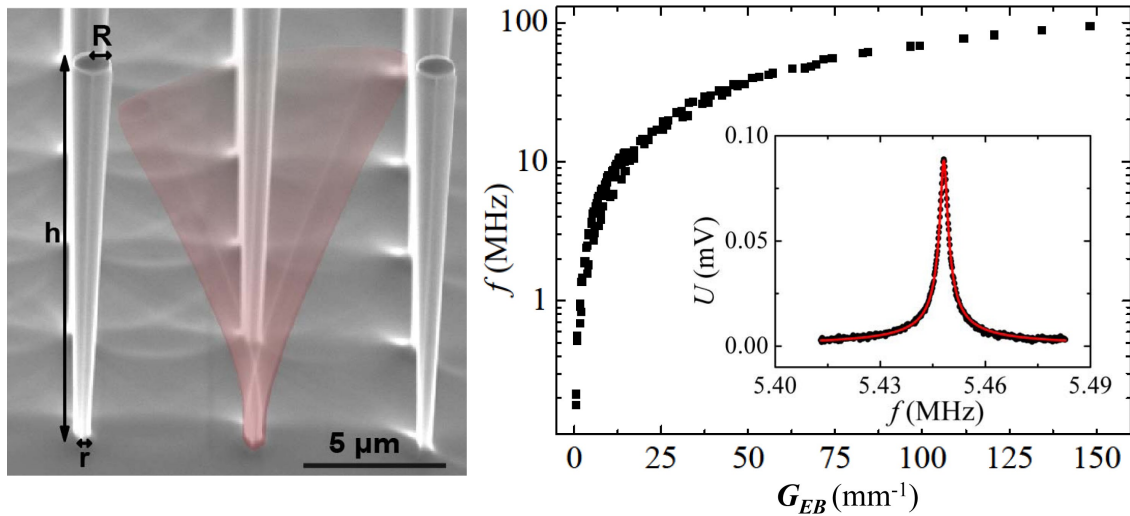


Abbildung 2.16: Links ist ein REM-Bild einiger GaAs-Säulen zu sehen, wobei die mittlere Säule auf ihrer Resonanzfrequenz schwingt. Die Einhüllende der Eigenmode ist rot eingefärbt. Rechts sind die optisch gemessenen Eigenfrequenzen gegen den aus der Formel 2.7 bestimmten Geometriefaktor G_{EB} dargestellt. Der Einsatz zeigt eine typische Resonanzkurve mit dem dazugehörigen Lorentzfit eines harmonischen Oszillators.

2.5.3 Geometrieabhängigkeit der Dämpfung

Eine der wohl größten ungelösten Fragestellungen der Nanomechanik ist die Frage nach den Ursachen der Dämpfung. Auch diese Arbeit liefert keine allgemeingültige Interpretation der Messdaten in Bezug auf intrinsische Dissipationsmechanismen. Jedoch kann durch die umfassende experimentelle Untersuchung mikro- und nanomechanischer Resonatoren eine Basis für weitere Theorien geschaffen werden. In der Literatur sind einige Ursprünge und Modelle der Dämpfung [70] zu finden. Dabei wurden die gängigsten Modelle wie die thermoelastische [68] und die aufhängepunkt-dominierte Dämpfung [69] auf die Messdaten angewendet. Jedoch konnten diese Theorien das auftretende Dissipationverhalten nicht erklären [41]. Um die Basis für weitere Diskussionen zu legen werden im Folgenden die experimentellen Daten dargestellt.

Dazu wird die Dämpfung $\Delta\omega$ wie auch die Eigenfrequenz ω_0 aus dem Lorentzfit bestimmt, wobei $\Delta\omega$ die Halbwertsbreite der Lorentzkurve ist und für einen gedämpften, harmonischen Oszillator der Dämpfung entspricht. Eine andere oft zitierte physikalische Größe ist die mechanische Güte Q , die wie folgt definiert ist.

$$Q = 2\pi \frac{\text{gespeicherte Energie der Schwingung}}{\text{dissipierte Energie pro Schwingungsperiode}} = \frac{\omega_0}{\Delta\omega} \quad (2.8)$$

In Abbildung 2.17 und Abbildung 2.18 sind wahlweise die mechanische Güte bzw. die Dämpfung gegen die Eigenfrequenz oder das Aspektverhältnis $K = r/h$ dargestellt.

Gemessen wurden diese Daten bei einem Umgebungsdruck von $p < 10^{-3}$ mbar. Der

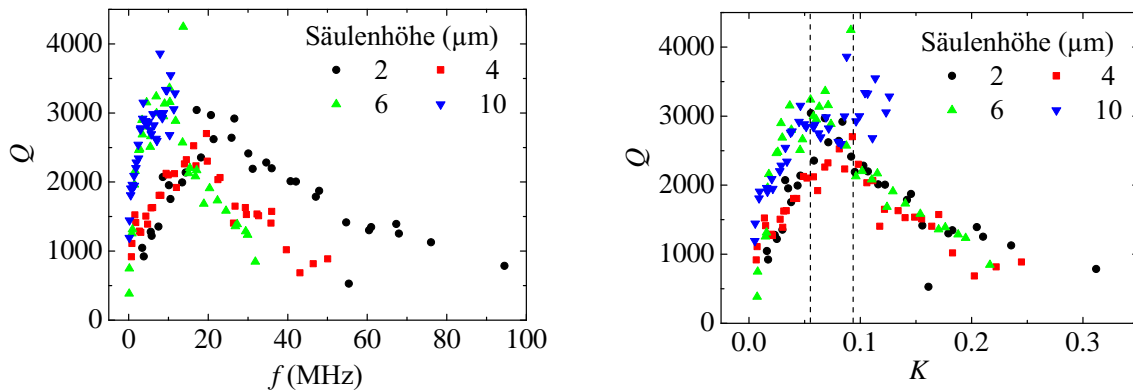


Abbildung 2.17: Links ist die Güte gegen die Frequenz und rechts gegen das Aspektverhältnis aufgetragen.

Einfluß der Gasdämpfung wird im Abschnitt 2.5.4 analysiert. Die farbliche Unterteilung in den Abbildungen wurde aus folgendem Grund vorgenommen. Diese farbliche

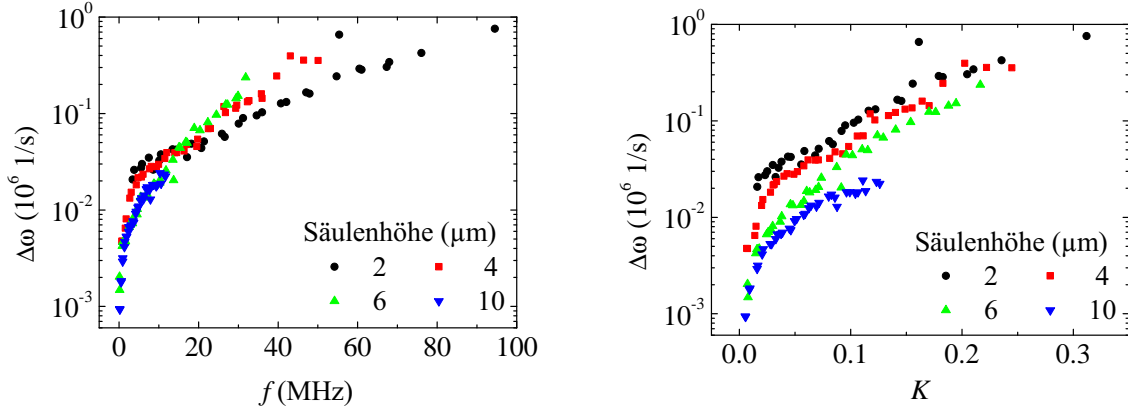


Abbildung 2.18: Links ist die Dämpfung gegen die Frequenz und rechts gegen das Aspektverhältnis aufgetragen.

Markierung bedeutet den exakt gleichen Herstellungsverlauf, d.h. diese Säulen befinden sich auf derselben Probe und besitzen fast identische Höhen [41]. Sie unterscheiden sich ausschließlich durch den Säulenkopfradius R und den Säulenrumpfradius r . In Abbildung 2.17 rechts wurde speziell der Bereich $0.055 < K < 0.095$ markiert, da in diesem Bereich die maximale Güte erreicht wird. Für größere K fällt die Güte für alle Säulen gleichermaßen. Für diese Aspektverhältnisse $K > 0.1$ ändert sich die Bewegungsgleichung. Dieses Phänomen wird in Unterkapitel 2.6 diskutiert und die Ursache sind, neben dem Auftreten der Biegeverformungen, Scherverformungen. Dieser Sachverhalt könnte einen Anhaltspunkt über die zugrunde liegenden Dissipationsmechanismen liefern. In Abbildung 2.18 ist die Dämpfung dargestellt. Sie besitzt im Gegensatz zur Güte kein Maximum. Für eine feste Säulenhöhe nimmt die Dämpfung sowohl mit größer werdenden Eigenfrequenzen f wie auch Radien kontinuierlich zu (siehe Abbildung 2.18). Phänomenologisch kann nun anhand dieser Darstellungen bei einer gewünschten Frequenz die optimale Geometrie mit der maximalen Güte identifiziert werden.

2.5.4 Umgebungsdruckabhängigkeit der Dämpfung

Nanomechanische Systeme wechselwirken genauso wie auch alle anderen physikalischen Systeme mit ihrer Umgebung. Um die Dämpfung durch die Luftmoleküle zu minimieren werden nanomechanische Resonatoren zwecks Gütemaximierung fast ausschließlich im Vakuum betrieben. Für sensorische Anwendungen hingegen ist meistens Normaldruck notwendig. Flüssige Umgebung wird sogar bei Untersuchungen biologischer Systeme benötigt. Wie schon in Unterkapitel 2.2.2 beschrieben, erlaubt der experimentelle Aufbau auch Umgebungsdruckvariationen (siehe 2.2.2). Dazu wurde der Druck im Vakuumwürfel schrittweise hin zu Normaldruck erhöht.

Aus der gemessenen Resonanzkurve werden die Güte und die Dämpfung bestimmt. Dabei ist das Ziel, bei einem vorgegebenen Umgebungsdruck die Säulengeometrien so anzupassen, dass die Gasdämpfung minimiert wird.

Die Gasdämpfung wird in die Bereiche der molekularen und viskosen Dämpfung unterteilt [71]. Im molekularen Bereich wechselwirken die Luftmoleküle nicht untereinander, jedoch übertragen sie durch elastische Stöße Impulse auf den mechanischen Resonator. Im viskosen Bereich findet zusätzlich auch Wechselwirkung zwischen den Luftmolekülen statt. Der funktionale Zusammenhang zwischen Güte und Druck ist im molekularen Regime $Q \propto 1/p$ [72]. In Abbildung 2.19 links ist ein typischer Güte-Druck Verlauf einer GaAs-Säule bei $\omega = 976,1$ kHz, $h = 6$ μm und einem effektiven Durchmesser $d = (r + R)/2 = 295$ nm dargestellt. Da bei der Gasdämpfung die Breite des Resonators [73] eine wichtige Rolle spielt, wird hier in erster Näherung arithmetisch gemittelt. Dabei lässt sich der erwähnte $1/p$ Güteverlauf identifizieren. Die Abweichungen bei höherem Druck weisen auf den Übergang in den viskosen Bereich hin.

Die 1. Obermode (Abbildung 2.19 rechts) zeigt dasselbe $1/p$ Verhalten, jedoch

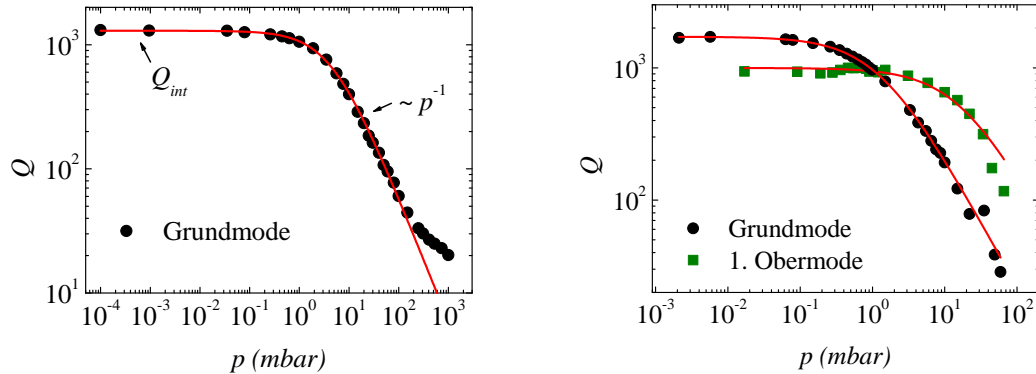


Abbildung 2.19: Druckabhängigkeit der Güte einer GaAs-Säule, links die Grundmode mit Übergang in den viskosen Bereich und rechts der Vergleich der Güten zwischen der Grund- und der 1. Obermode

mit einer niedrigeren Güte. Für $p < 10^{-1}$ mbar ist die Güte konstant und wird als intrinsische Güte Q_{int} bezeichnet. Dieses Verhalten, dass Moden mit niedrigerer Frequenz höhere Güten im Vakuum, aber niedrigere Güten an Atmosphärendruck besitzen, wurde auch bei doppelseitigen Balken [74], [75] festgestellt. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass bei niedrigem Umgebungsdruck die Güte durch die intrinsische Dämpfung und bei höheren Drücken von der Gasdämpfung dominiert wird. Somit muss neben der Geometrie auch die Frequenz eine entscheidende Rolle zur Gasdämpfung beitragen. Im molekularen Regime lässt sich dieses Phänomen durch einen elastischen Energieübertrag von Luftmolekülen auf den Resonator und umgekehrt erklären [76]. Der Zusammenhang zwischen der Güte, dem Druck, der

Eigenfrequenz und der Geometrie lässt sich nun wie folgt schreiben [77].

$$Q = \frac{\rho d \omega}{4p} \sqrt{\frac{\pi R T}{2 M_m}}, \quad (2.9)$$

wobei ρ die spezifische Masse des Resonators, d die Dicke, R die universelle Gaskonstante, T die absolute Temperatur, $\omega = 2\pi f$ die Kreiseigenfrequenz, M_m die molare Masse des Gases und p der Druck ist. Diese Formel wurde über einen großen Parameterbereich bis jetzt nur anhand von experimentellen Daten doppelseitig eingespannter Resonatoren verifiziert [75]. Dabei konnte die Eigenfrequenz durch eine statische Verspannung [78] variiert werden, ohne die Geometrie wesentlich zu verändern. Es wurde gezeigt, dass im Frequenzbereich von 7 bis 206 MHz die Güte linear von ω abhängt [75]. Das Durchstimmen der Eigenfrequenz durch Anlegen einer äußeren Verspannung ist bei einseitig aufgespannten Resonatoren nicht möglich. Aus diesem Grund werden die geometrischen Abmessungen variiert, um einen möglichst großen Eigenfrequenzbereich abzudecken. In Abbildung 2.20 ist übersichtshalber die druckabhängige Güte auf die intrinsische Güte (Q_{int}) normiert. Dabei ist zu erkennen, dass bei gleichbleibender Höhe aber steigendem Durchmesser die Güte erst bei einem höheren Druck zu fallen beginnt. Bei Umgebungsdruck decken die Güten in Abhängigkeit der Geometrie einen Bereich von 20 bis 800 und die Eigenfrequenzen von 0.2 bis 61 MHz ab, dies entspricht einem mehr als zehnmal so großen Messbereich im Vergleich zu doppelseitig eingespannten Resonatoren [75].

Um zusammenfassend eine Aussage über die Gültigkeit der Formel 2.9 zu erhalten, wurde der Druck p_{50} ausgewertet, bei dem die Güte Q_{int} auf die Hälfte ihres Wertes abgefallen ist (siehe Abbildung 2.20 links rechts grauer Balken) und gegen das Produkt aus Eigenfrequenz und Durchmesser $d \cdot f$ (siehe Formel 2.9) dargestellt. Die lineare Fitfunktion durch den Ursprung zeigt die Gültigkeit der Formel auch für einseitig eingespannte Resonatoren über einen sehr großen Parameterbereich (siehe Abbildung 2.21 links). In Abbildung 2.21 rechts ist wieder wie im vorherigen Abschnitt das Aspektverhältnis $K = r/h$ dargestellt. Anhand der angegebenen Fitfunktion lässt sich einfach die gewünschte Geometrie berechnen, bei der die maximale Güte bei Normaldruck auftritt.

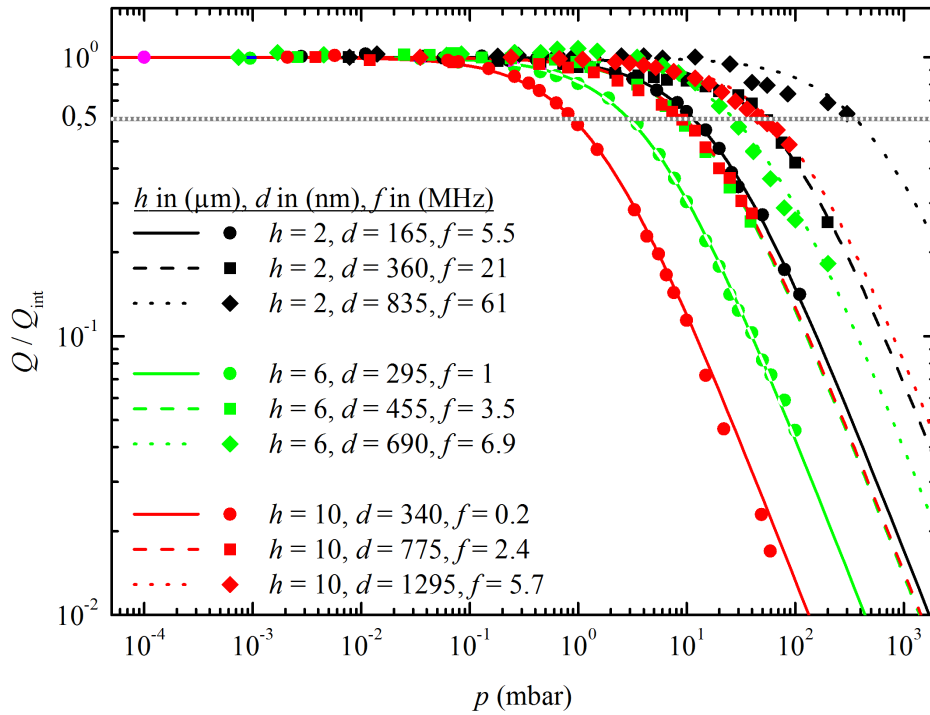


Abbildung 2.20: Druckabhängigkeit der normierten Güte Q/Q_{int} im viskosen Bereich verschiedener GaAs-Säulen

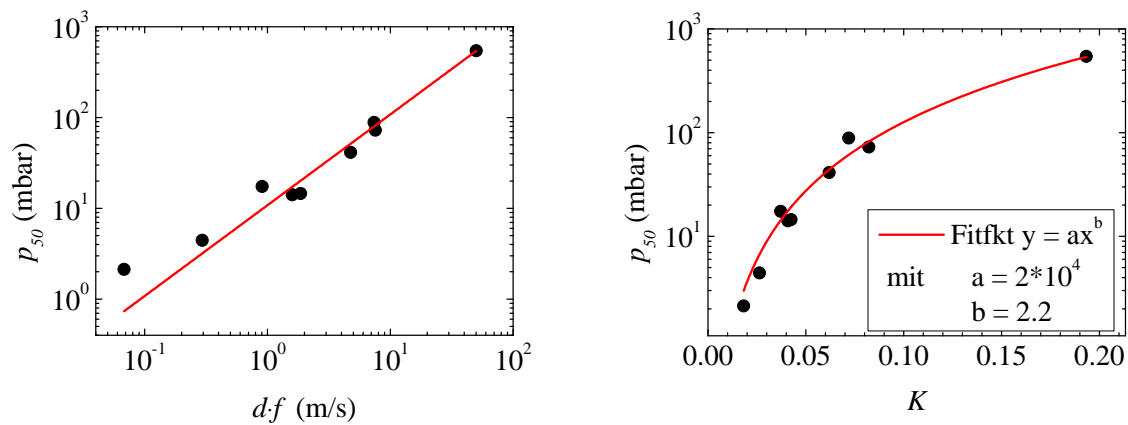


Abbildung 2.21: Links ist der lineare Verlauf (lineare Fitfunktion) von Druck p_{50} gegen das Produkt $d \cdot f$ und rechts der fast quadratische Verlauf (siehe Fitfunktion im Einsatz) von Aspektverhältnis K gegen p_{50} gezeigt

2.6 Bestimmung des E -Moduls und der Federhärte

Aufgrund der nichtinvasiven Antriebs- und der nichtinvasiven Detektionsmethode können mittels der experimentell bestimmten Eigenfrequenzwerte und den geometrischen Abmessungen der GaAs-Säulen neben der intrinsischen und umgebungsdruckabhängigen Dämpfung auch auf weitere intrinsische Kenngrößen der Mechanik wie der Elastizitätsmodul oder die Federhärte geschlossen werden. In zahlreichen anderen Veröffentlichungen nanostrukturierter Resonatoren wird mittels Eigenfrequenz und Geometrieabmessung sowie einer konstanten Volumendichte ρ von unterschiedlichen geometrieabhängigen E -Modulverläufen berichtet. So zeigen einige ein größer [21] und andere ein kleiner werdendes E -Modul [22], [23] mit kleiner werdendem Durchmesser. Aufgrund dieser nicht konsistenten Darstellungen wird in dieser Arbeit ein anderer Ansatz verfolgt. Neben der konstanten Dichte wird gezeigt, dass es möglich ist, durch Erweiterungstherme der Euler-Bernoulli-Bewegungsgleichung, welche auf einem tieferen Verständnis der auftretenden Bewegungsmechanismen beruhen, ein konstantes geometrieunabhängiges E -Modul einzuführen.

Jedoch bietet der hier vorgestellte Ansatz keine Universallösung auf die divergierenden Aussagen bisheriger Veröffentlichungen. Vielmehr ermöglicht die im folgenden Abschnitt vorgestellte Theorie eine Auswertung der Materialeigenschaften von „top-down“ fabrizierten invertiert konischen GaAs-Zylindern über einen sehr großen Geometriebereich. Diese Ergebnisse werden zusätzlich mittels Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulationen bestätigt.

Um nun auf die Materialeigenschaften schließen zu können, wird die Lösung der Bewegungsgleichung des Resonators benötigt. Für einseitig eingespannte Zylinder kann diese nach der Euler-Bernoulli-Balkentheorie analytisch gelöst werden [24]. Aus dieser resultiert dann der Zusammenhang zwischen der Geometrie, den Materialparametern und der Eigenfrequenz (siehe Gleichung 2.7). Die Randbedingungen einseitig eingespannter Balken sowie weitere Annahmen zur Lösung der Bewegungsgleichung, wie beispielsweise konstante Querschnittsflächen und Aspektverhältnisse $K < 0.1$, sind in den Arbeiten [41] und [24] zusammengefasst. Im Fall von invertiert konischen Zylindergeometrien ist der Standardlösungsweg nach Euler-Bernoulli aufgrund der nicht konstanten Querschnittsfläche und dem damit verbundenen nicht konstanten Flächenträgheitsmoment nicht mehr anwendbar. Auch die Annahme $K < 0.1$ ist bei einigen der charakterisierten GaAs-Säulen nicht mehr zutreffend. Aus diesem Grund wird der Einfluss der geometrischen Abweichungen von einem „Euler-Bernoulli-Zylinder“ im folgenden Abschnitt behandelt.

2.6.1 Eigenfrequenz von Zylindern mit $K > 0.1$

Wie bereits erwähnt, ist die Euler-Bernoulli-Balkentheorie, welche ausschließlich Biegeverformungen berücksichtigt, nicht für ein Aspektverhältnis von $K > 0.1$ ausge-

legt. Dabei wird keine explizite Erklärung dieser Einschränkung geliefert [24]. Um eine Erklärung anschaulich zu liefern, werden FEM-Simulationen benutzt. Dadurch ist es möglich, die Verteilung der auftretenden Spannungen im Material, bedingt durch Verformungen, zu analysieren. Um die Spannungen im Material zu zeigen, werden in Abbildung 2.22 die Querschnittprofile resonant getriebener Zylinder bei der jeweiligen maximalen Auslenkung dargestellt. Dabei ist erkennbar, dass für $K = 0.05$ (Abbildung 2.22 a) eine neutrale, spannungsfreie Achse existiert. Die neutrale Achse tritt bei der reinen Biegeverformung in der Mitte des Balkens auf, da die eine Seite im verbogenen Zustand gestaucht und die andere Seite gedehnt wird. Für ein Aspektverhältnis $K = 0.5$ (siehe Abbildung 2.22 b)) verschwindet die neutrale Achse. Dies bedeutet, dass zu der reinen Biegeverformung eine weitere Verformung auftritt, welche keine neutrale Achse mehr besitzt. Solch eine Charakteristik ist bei Scherverformungen bekannt.

Aus diesem Grund wird die Euler-Bernoulli-Balkentheorie für einseitig aufgehängte

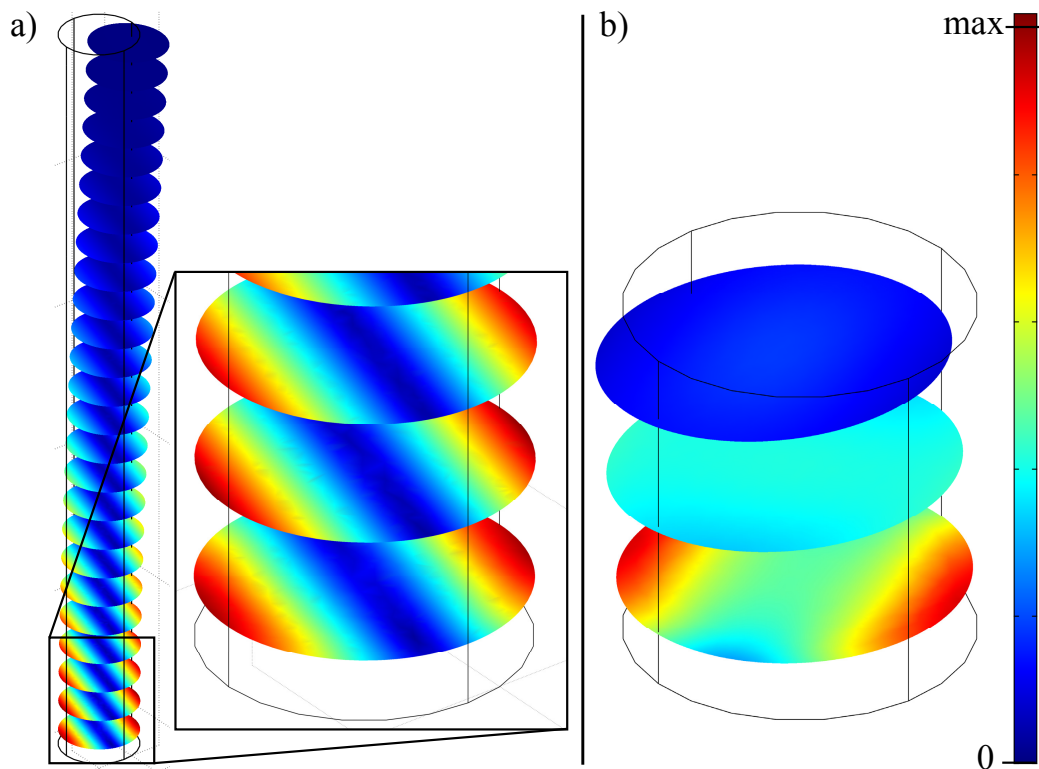


Abbildung 2.22: Darstellung der Querschnittsprofile resonant ausgelenkter Zylinder mittels FEM-Simulationen. Die geometrischen Abmessungen sind in a): Radius $r = 500 \text{ nm}$, Höhe $h = 10 \mu\text{m}$ ($K = 0.05$) und in b): Radius $r = 500 \text{ nm}$, Höhe $h = 1 \mu\text{m}$ ($K = 0.5$). Die Farbskalierung zeigt die Stärke der Verspannung des Materials an.

Zylinder um einen weiteren Term erweitert, um den Übergang in die Scherverformung beschreiben zu können. Dies bedeutet, dass neben der kinetischen Energie

T und der Biegeenergie U_B die Scherenergie U_S mit berücksichtigt wird. In Abbildung 2.23 wird dieser Sachverhalt skizziert sowie die Größen α und β eingeführt. Dabei bezeichnet $\alpha(z, t)$ den Biegewinkel, der den Winkel zwischen der Querschnittsflächennormalen und Flächennormalen des Substrats und $\beta(z, t)$ den Scherwinkel, der den Winkel zwischen der Balkenkante und Flächennormalen des Substrats angibt.

Mit der Annahme von kleinen Säulenauslenkungen $v(z, t)$ gilt für die Steigung

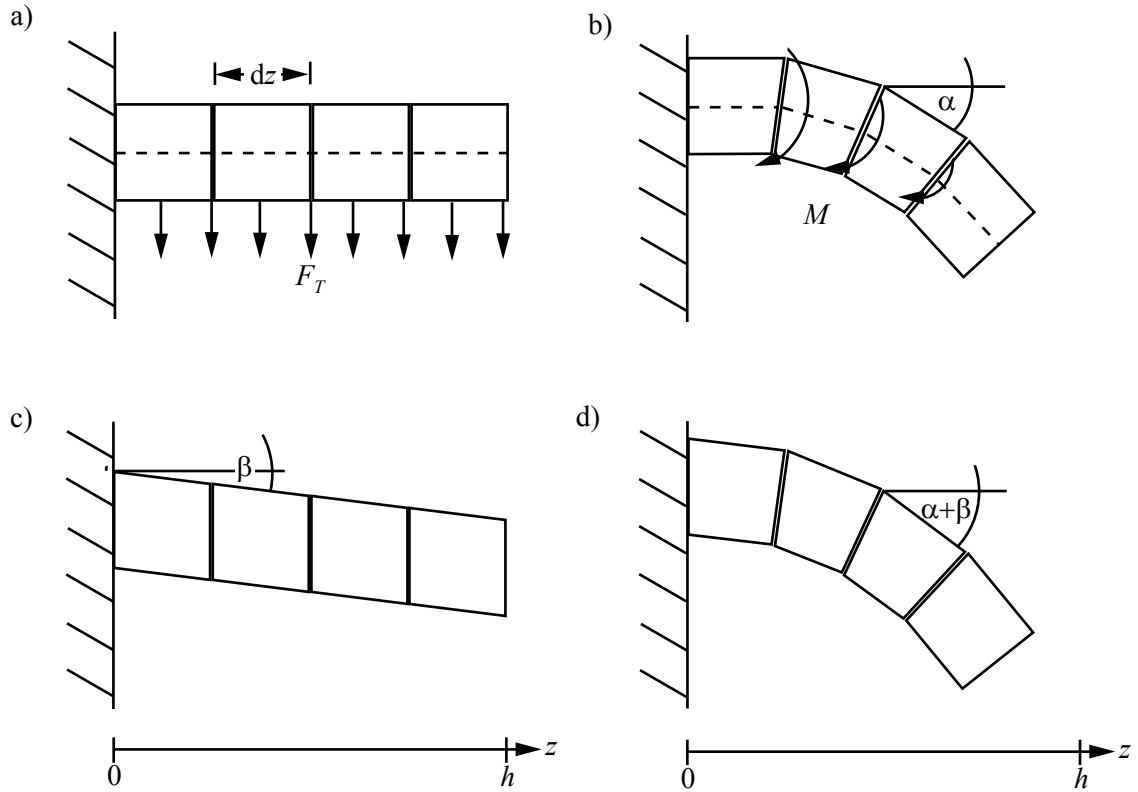


Abbildung 2.23: a) Die einzelnen Balkenelemente werden aufgrund einer homogen verteilten Antriebskraft F_T verbogen. b) Diese Kraft führt jetzt aber nicht nur zu einer Biegeverformung um den Winkel α mit neutraler Achse (gestrichelte Linie) und dem resultierenden Biegemoment M , c) sondern auch zu einer Scherverformung um den Winkel β . d) Zusammengefasst führt die Biege- und Scherverformung zu einer Auslenkung des Balkens um den Gesamtwinkel $\alpha + \beta$.

$v'(z, t)$ aufgrund des Biege- und Scherwinkels folgender Zusammenhang:

$$\frac{\partial v(z, t)}{\partial z} = \tan \alpha(z, t) + \tan \beta(z, t) \approx \alpha(z, t) + \beta(z, t) \quad (2.10)$$

Nun werden die Energieterme einzeln vorgestellt, um anschließend aus der Lagrange-Funktion mittels Hamiltonschen Integralprinzips die Bewegungsgleichung aufzustellen.

len, welche letztendlich auf den gewünschten Zusammenhang zwischen Eigenfrequenz, Materialkonstanten und Geometrie schließen lässt.

Für die kinetische Energie T gilt:

$$T = \frac{1}{2} \int_0^h \rho A \left(\frac{\partial v(z, t)}{\partial t} \right)^2 dz. \quad (2.11)$$

Die potentielle Energie U besteht aus zwei Termen, der Biegeenergie U_B und der Scherenergie U_S . Für kleine Auslenkungen gilt für die Biegeenergie:

$$U_B = \frac{1}{2} \int_0^h EI \left(\frac{\partial^2 v(z, t)}{\partial z^2} \right)^2 dz = \frac{1}{2} \int_0^h EI \left(\frac{\partial \alpha(z, t)}{\partial z} \right)^2 dz. \quad (2.12)$$

Die Scherenergie mit dem Schermodul G_s , der Querschnittsfläche A und dem Formfaktor k' ist definiert als

$$U_S = \frac{1}{2} \int_0^h k' G_s A \beta^2 dz. \quad (2.13)$$

Für eine kreisförmige Querschnittsfläche gilt für k' [79]

$$k' = \frac{6(1 + \nu)}{7 + 6\nu}, \quad (2.14)$$

wobei ν das Poissonverhältnis ($\text{GaAs}(\nu) = 0.31$ [80]) ist.

Substitution von β aus (2.10) in (2.13) ergibt:

$$U_S = \frac{1}{2} \int_0^h k' G_s A \left(\frac{\partial v(z, t)}{\partial z} - \alpha(z, t) \right)^2 dz \quad (2.15)$$

Daraus resultiert die Lagrange-Funktion L :

$$L = T - U = \frac{1}{2} \int_0^h \left[\rho A \left(\frac{\partial v(z, t)}{\partial t} \right)^2 - EI \left(\frac{\partial \alpha(z, t)}{\partial z} \right)^2 - k' G_s A \left(\frac{\partial v(z, t)}{\partial z} - \alpha(z, t) \right)^2 \right] dz. \quad (2.16)$$

Nun wird das Hamiltonsche Integralprinzip

$$\delta \int_{t_1}^{t_2} L dt = 0 \quad (2.17)$$

angewendet, um die Bewegungsgleichung aufzustellen. Eine detaillierte Durchführung der Umformungen kann in der Arbeit [41] nachgeschlagen werden. Die daraus resultierenden Differentialgleichungen für $v(z, t)$ und $\alpha(z, t)$ lauten:

$$\rho A \frac{\partial^2 v(z, t)}{\partial t^2} - k' G_s A \left(\frac{\partial^2 v(z, t)}{\partial z^2} - \frac{\partial \alpha(z, t)}{\partial z} \right) = 0 \quad (2.18)$$

$$EI \frac{\partial^2 \alpha(z, t)}{\partial z^2} + k' G_s A \left(\frac{\partial v(z, t)}{\partial z} - \alpha(z, t) \right) = 0 \quad (2.19)$$

Unter Verwendung des Separationsansatzes mit $v(z, t) = X(z) \cdot T(t)$ und der Randbedingungen eines einfach eingespannten Balkens ($X(0) = 0$, $\frac{dX}{dz}|_{z=0} = 0$, $\frac{d^2 X}{dz^2}|_{z=h} = 0$, $\frac{d^3 X}{dz^3}|_{z=h} = 0$) kann die Bestimmungsgleichung F mit den Koeffizienten a und b aufgestellt werden.

$$F = (b^2 - a^2)ab \sin a \sinh b + (b^4 + a^4) \cos a \cosh b + 2a^2 b^2 = 0 \quad (2.20)$$

$$a = \sqrt{\frac{\rho \omega^2}{2k' G_s} + \sqrt{\left(\frac{\rho \omega^2}{2k' G_s}\right)^2 + \frac{\rho A \omega^2}{EI} h}} \quad (2.21)$$

$$b = \sqrt{-\frac{\rho \omega^2}{2k' G_s} + \sqrt{\left(\frac{\rho \omega^2}{2k' G_s}\right)^2 + \frac{\rho A \omega^2}{EI} h}} \quad (2.22)$$

Ohne Scherverformung, also nach der allgemein bekannten Euler-Bernoulli-Theorie, vereinfacht sich die Bestimmungsgleichung zu

$$F = \cos c \cosh c = -1, \quad (2.23)$$

wobei c eine positive Konstante ist. Aus der Gleichung 2.23 wird die ortsabhängige Auslenkung $X(z)$ genauso wie die Eigenkreisfrequenz ω abgeleitet.

$$X(z) = \cos \frac{c}{h} z - \cosh \frac{c}{h} z - \frac{\cos c + \cosh c}{\sin c + \sinh c} \left(\sin \frac{c}{h} z - \sinh \frac{c}{h} z \right) \quad (2.24)$$

$$\omega = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{c^2}{2} \frac{r}{h^2}} \quad (2.25)$$

E ist der Elastizitätsmodul, ρ die Materialdichte, h die Höhe und r der Radius des Zylinders.

Unter Berücksichtigung der Scherverformung, also im Falle der Bestimmungsgleichung 2.20, lässt sich die Lösung der geometrieabhängigen Parameter a , b in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses numerisch bestimmen. Die Eigenkreisfrequenz eines Zylinders in Abhängigkeit von a , b lässt sich wie folgt schreiben

$$\omega = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{ab}{2} \frac{r}{h^2}} = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot G_{EB+S}. \quad (2.26)$$

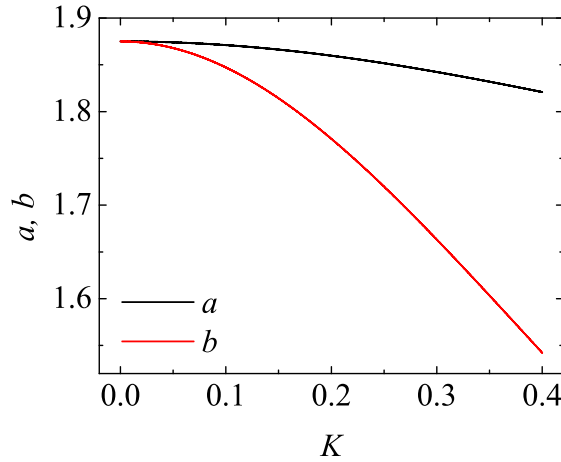


Abbildung 2.24: Koeffizienten a und b in Abhängigkeit des Aspektverhältnisses [41].

Somit ist auch die Definition des Geometriefaktors G_{EB+S} unter Berücksichtigung der Scherverformung gegeben.

Der Verlauf der beiden Parameter ist in Abbildung 2.24 dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass die Parameter $a = b = 1.875$ für sehr kleine Aspektverhältnis ($K \rightarrow 0$) sind. Dies entspricht exakt der Lösung der reinen Biegeverformung (siehe Formel 2.26 und 2.25). Somit ist in dem Geometriebereich $K < 0.1$ die Abhängigkeit der Parameter a und b von der Scherverformung geringfügig und der Einfluss der Scherverformung kann in diesem Geometriebereich vernachlässigt werden.

2.6.2 Auswertung der Messdaten nach Euler-Bernoulli plus Scherverformung

Da nun der Zusammenhang zwischen der Eigenfrequenz und den Materialkonstanten sowie der Geometrie hergestellt wurde, werden im Folgenden die experimentellen Daten nach der Euler-Bernoulli-Balkentheorie sowie dem Erweiterungsterm der Scherverformung ausgewertet. Dafür wurden bereits die Geometriefaktoren G_{EB} (siehe Gleichung 2.7) und G_{EB+S} (siehe Gleichung 2.26) eingeführt, um zwischen den vorgestellten Modellen zu unterscheiden. Diese ergeben sich aus den im REM gemessenen Radien und Höhen der verschiedenen Säulen. Die Eigenfrequenz wurde, wie im Unterkapitel 2.2.2 beschrieben, vermessen. Die verschiedenen Verläufe der Modelle sind in Abbildung 2.25 dargestellt. Deutlich zu erkennen ist der geringe Unterschied unterhalb eines Aspektverhältnisses von 0.1 was einem G_{EB} bzw. einem G_{EB+S} von ca. 80 mm^{-1} entspricht. Für größere Geometriefaktoren divergieren die beiden Verläufe.

Zusammenfassend lassen sich folgende Aussagen treffen. Aufgrund der Erweiterung des Modells um die Scherverformungsenergie ist es möglich, einen linearen Zusam-

menhang zwischen Geometrie und Eigenfrequenz für eine konstante Dichte und einem geometrieunabhängigen E -Modul herzustellen, so wie es in der hergeleiteten Formel 2.26 mit $\omega \propto G_{EB+S}$ beschrieben ist. Des Weiteren sind diese Korrekturen für Aspektverhältnisse $K < 0.1$ vernachlässigbar. Jedoch verläuft die eingezeichnete Fitgerade (siehe Abbildung 2.25) nicht durch den Ursprung, wodurch eine E -Modulbestimmung aus der Formel 2.26 nicht möglich wird. Die Ursache ist die bisher nicht berücksichtigte Unterkehligkeit der Säulen. Diesem Sachverhalt wird im nächsten Unterkapitel nachgegangen.

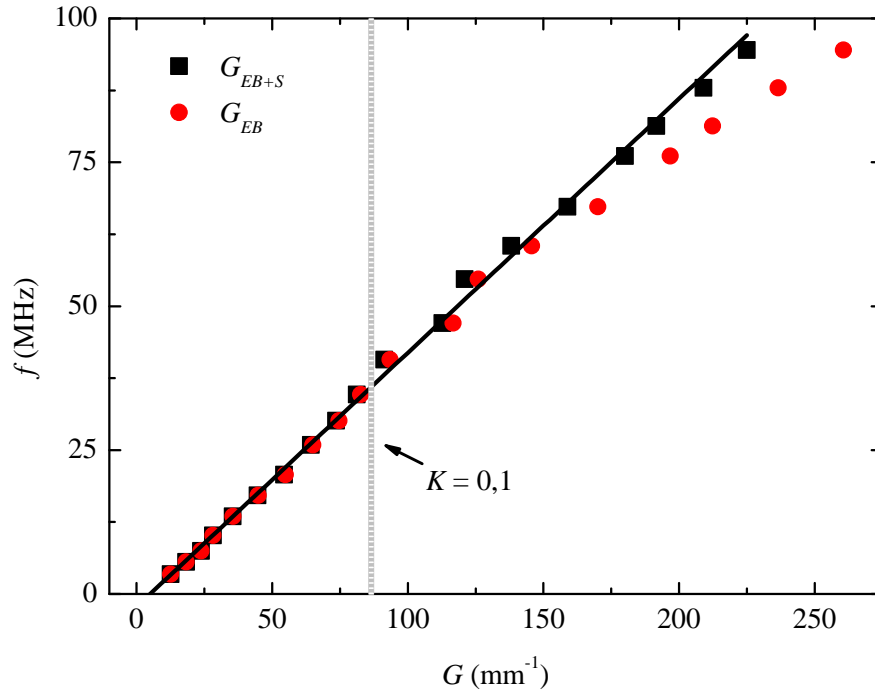


Abbildung 2.25: Abhängigkeit der gemessenen Eigenfrequenz von den Geometriefaktoren nach der Euler-Bernoulli Balkentheorie mit Scherverformung G_{EB+S} und ohne Scherverformung G_{EB} für verschiedene Säulengeometrien.

2.6.3 Eigenfrequenz invertiert konischer Zylinder mit $K < 0.1$

In diesem Abschnitt wird der Einfluss der Unterkehligkeit einer Säule (siehe Abbildung 2.26) auf die Bewegungsgleichung untersucht, wobei die Scherverformung für Aspektverhältnisse von $K < 0.1$ vernachlässigt werden kann, wie im Unterkapitel 2.6.1 gezeigt wurde. Die Bewegungsgleichung eines invertiert konischen Zylinders

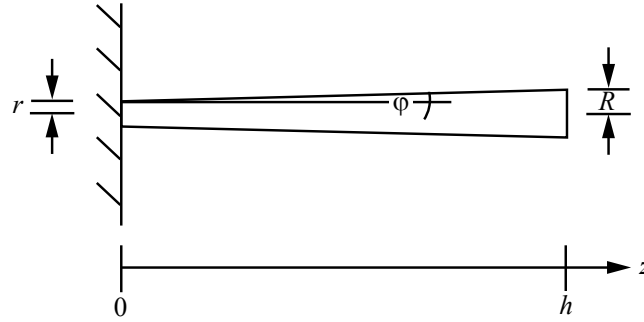


Abbildung 2.26: Skizze eines invertiert konischen Zylinders

lässt sich nach der Standard Euler-Bernoulli-Theorie herleiten, mit dem Unterschied einer nicht konstanten Querschnittsfläche $S(z)$ und eines nicht konstanten Flächenträgheitsmomentes $I(z)$:

$$E \frac{d}{dz} \left(I(z) \frac{d^2 X}{dz^2} \right) = -F_x, \quad (2.27)$$

wobei $I(z) = \pi/4 \cdot r^4(z)$ das Flächenträgheitsmoment und die Querschnittsfläche $S(z) = \pi r^2(z)$ ist. Dabei besitzt der Radius eine Abhängigkeit von der Position z mit $r(z) = z \cdot \tan(\varphi)$. Die rechte Seite der Gleichung 2.27 entspricht im Gleichgewichtszustand der inneren Spannungskraft F_x für eine Auslenkung in x -Richtung. Aufgrund der Zylindersymmetrie kann diese Annahme ohne Einschränkung der Allgemeinheit getroffen werden. Die Bewegungsgleichung 2.27 lässt sich für ein nicht konstantes Flächenträgheitsmoment und ohne Kenntnis der inneren Spannungsverteilung nicht mehr analytisch lösen. Einen alternativen Zusammenhang zwischen Eigenfrequenz und Geometrie liefert der Energieansatz eines harmonischen Oszillators. Ein Näherungslösungsverfahren, welches den Energieansatz eines Resonators mit nicht konstantem Flächenträgheitsmoment benutzt, ist die erste Methode von Ritz. Das Endergebnis stellt eine obere Schranke der tatsächlichen Lösung dar. Da die Rechnung nach Ritz im Rahmen meiner Doktorarbeit in der Diplomarbeit [41] durchgeführt wurde und als Modell für invertiert konische Zylinder diente, werden die Ergebnisse der Ritzmethode aufgrund der Vollständigkeit in dieser Arbeit diskutiert, jedoch nicht mehr im Detail vorgestellt. Das Endresultat führt zu einem langen Ausdruck des Geometriefaktors G_{Ritz} (siehe Anhang A.1 Formel A.1), der nun zwar die kompletten geometrischen Abmessungen der Säule für $K = r/h < 0.1$ berücksichtigt, jedoch aber weiterhin eine obere Schranke des tatsächlichen Ergebnisses liefert. Neben dem Ritz-Verfahren wird ein weiterer Ansatz vorgestellt, bevor diese miteinander verglichen und die Ergebnisse diskutiert werden.

Um die Abweichungen der Ritz-Methode zu den tatsächlichen Werten zu untersuchen, werden FEM-Simulationen von invertiert konischen Zylindern durchgeführt. Damit besteht die Möglichkeit, die getroffenen Annahmen und die damit verbundenen Lösungen der Differenzialgleichungen mit FEM-Simulationen zu vergleichen.

Homogene Kraftverteilung (Homo-Theorie)

Dieser Ansatz beschreibt eine homogene Kraftverteilung entlang des Resonators (siehe Abbildung 2.23 a)). Dieser wird aufgrund des Trägheitsantriebes mittels Scherpiezos motiviert (siehe Unterkapitel 2.2.2). Er beschleunigt jeden Massepunkt der Probe gleichermaßen und im Fall einer oszillatorischen Bewegung des Balkens, ist die Zeit, bis der Balken sich wieder im Gleichgewichtszustand befindet, um einige Größenordnungen kleiner als die Zeit einer Schwingungsperiode. Somit sind die Annahmen einer homogenen Kraftverteilung und einem Balken, der sich im Gleichgewicht befindet, sinnvoll.

Wird die Gleichung 2.27 einmal nach z abgeleitet, dann folgt

$$E \frac{d^2}{dz^2} \left(I(z) \frac{d^2 X}{dz^2} \right) = - \frac{dF_x}{dz} = K_x. \quad (2.28)$$

Da die Summe aller resultierenden Kräfte auf ein Volumenelement im Gleichgewichtszustand verschwinden muss, ist $-\frac{dF_x}{dz} = K_x$, wobei K_x die äußere treibende Kraft pro Längeneinheit ist. Unter der Annahme einer konstanten äußeren Kraft K_x (homogen verteilt), lässt sich die Differenzialgleichung mit den Randbedingungen eines einfach eingespannten Balkens ($X(0) = 0$, $\frac{dX}{dz}|_{z=0} = 0$, $\frac{d^2 X}{dz^2}|_{z=h} = 0$, $\frac{d^3 X}{dz^3}|_{z=h} = 0$) mit Hilfe von *Mathematica* lösen und die Eigenfunktion erhält folgende Form

$$X(z) = \frac{1}{3b^4 E \pi r^3 (r + bz)^2} K_x (bz(6r^4 + 3br(b^2 h^2 + 3r^2)z + 2b^2(b^2 h^2 - bhr + r^2)z^2) + 6r^3(r + bz)^2(\log(r) - \log(r + bz))), \quad (2.29)$$

wobei $b = \tan(\varphi)$ ist. Über den Energieerhaltungsansatz für konservative Schwingungssysteme folgt, dass die maximale kinetische Energie T_{max} gleich der maximalen potentiellen Energie $U_{B,max}$ ist. Unter Verwendung des Ansatzes eines harmonischen Oszillators mit der Schwingungsamplitude $X(z)$, der Eigenfrequenz ω und der Phase ϕ

$$v(z, t) = X(z) \sin(\omega t + \phi), \quad (2.30)$$

lassen sich die Energien (siehe Formel 2.11 und 2.12) schreiben als

$$T_{max} = \frac{\omega^2}{2} \int_0^h \rho S(z) X(z)^2 dz \quad (2.31)$$

und

$$U_{B,max} = \frac{1}{2} E \int_0^h I(z) \left(\frac{\partial^2 X(z)}{\partial z^2} \right)^2 dz. \quad (2.32)$$

Aus diesen beiden Gleichungen folgt für das Quadrat der Eigenfrequenz

$$\omega^2 = \frac{E \int_0^h I(z) \left(\frac{\partial^2 X(z)}{\partial z^2} \right)^2 dz}{\rho \int_0^h S(z) X(z)^2 dz}. \quad (2.33)$$

Das Einsetzen der Eigenfunktion aus der Gleichung 2.29 liefert nun die Eigenfrequenz unter Berücksichtigung der invertiert konischen Zylindergeometrie

$$\omega_{homo}^2 = \frac{E}{\rho} (90b^4r^3(bh(b^3h^3 - 2b^2h^2r + 6bhr^2 + 12r^3) + 12r^3(bh + r)(\log(r) - \log(bh + r)))) / ((bh(24b^8h^8 - 18b^7h^7r + 72b^6h^6r^2 + 207b^5h^5r^3 - 21b^4h^4r^4 + 375b^3h^3r^5 + 1490b^2h^2r^6 + 1410bhr^7 + 420r^8) + 60r^3(bh + r)^3(3b^3h^3 - 6b^2h^2r + 12bhr^2 + 7r^3 + 6r^3(\log(r) - \log(bh + r)))(\log(r) - \log(bh + r)))). \quad (2.34)$$

Für den Grenzfall r gegen 0 und $r < R$ ergibt sich aus der Formel 2.34 $\omega_{homo} = 0$. Dies unterscheidet sich von der Theorie der Ritz Methode. Sie liefert, wie bereits erwähnt, eine obere Schranke, wobei ω_{Ritz} (siehe Gleichung A.1) für r gegen 0 und $r < R$ immer größer als 0 ist. Dies stellt eine nicht sinnvolle physikalische Lösung dar, da für $r = 0$ die Säule keinen Kontakt mehr mit dem Substrat besitzt. Jedoch liefert sowohl die Ritz- wie auch die Homo-Theorie im Falle eines Zylinders, also $r = R$, eine sehr gute Übereinstimmung (kleiner 1 Prozent) mit der Euler-Bernoulli-Balkentheorie (siehe Gleichung 2.7).

Für eine feste Höhe h und einen festen Säulenrumpfradius r ist in Abbildung 2.27 der Einfluss der Unterkehligkeit auf die Eigenfrequenz dargestellt. Dabei werden die

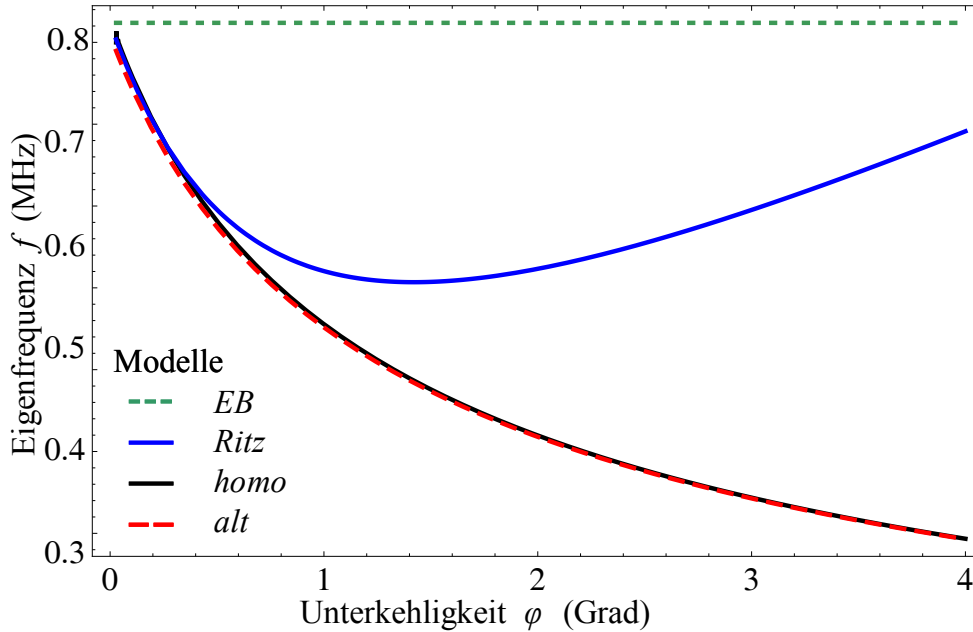


Abbildung 2.27: Direkte Vergleich zwischen den Eigenfrequenz-Modellen in Abhängigkeit des Winkel φ . Dabei wurden folgenden Parameter festgelegt: $E = 45$ GPa, $\rho = 5307$ kg/m³, Aspektverhältnis $K = 0.01$, $h = 10$ μ m

verschiedenen Modelle angefangen von der Euler-Bernoulli über die erste Methode

von Ritz bis hin zur homogenen Kraftverteilung untereinander verglichen. Die rot gestrichelte Kurve in der Abbildung 2.27 stellt eine alternative, erahnte und weniger komplexe Eigenkreisfrequenzfunktion als ω_{homo} dar und wird im Folgenden mit *alt* gekennzeichnet

$$\omega_{alt}^2 = \frac{E}{\rho} \left(\frac{r}{h^2} \right)^2 \frac{15}{5 + 4 \frac{h}{r} \tan(\varphi)}. \quad (2.35)$$

Die gute Übereinstimmung zwischen ω_{alt} und ω_{homo} ist in der Abbildung 2.27 ersichtlich und die relative Abweichung $\omega_{homo}/\omega_{alt}$ im geometrisch relevanten Bereich ($h = 2-10 \mu\text{m}$, $r = 10-1000 \text{ nm}$, $\varphi = 1-2 \text{ Grad}$) ist kleiner als 2 Prozent, von daher kann im Folgenden $\omega_{homo} = \omega_{alt}$ angenommen werden. Des Weiteren liefern alle Theorien für φ gegen Null eine gute Übereinstimmung mit der Euler-Bernoulli-Zylinderlösung liefern und die relative Abweichung von den Theorien *Ritz*, *homo* und *alt* zu Euler-Bernoulli-Theorie liegen unter 2 Prozent. Bis ca. $\varphi = 0.5 \text{ Grad}$ verlaufen alle drei Modelle, welche die Unterkehligkeit berücksichtigen, annähernd parallel. Für größere Winkel φ hingegen divergiert *Ritz* von *homo* und *alt*, wobei die Eigenfrequenzwerte von Ritz immer oberhalb der beiden anderen Modelle liegen und dem intuitiven Verständnis der Eigenfrequenzänderung bei größer werdendem Winkel widerspricht.

2.6.4 Vergleich ω -Modelle mit FEM-Simulationen

Nachdem die Modelle untereinander verglichen wurden, wird in diesem Unterkapitel mittels FEM-Simulationen die Richtigkeit bzw. der Gültigkeitsbereich der verschiedenen Modelle überprüft. Bei diesen Simulationen können konische Zylinder vorgegeben werden, um den Einfluss der Geometrievariationen zu untersuchen. Die zu treffenden Simulationseinstellungen sowie die verwendeten Differenzialgleichungen des kommerziell erhältlichen Programms *Comsol* können in der Bachelorarbeit [81] nachgelesen werden. Zunächst werden die Zylinder mit $\varphi = 0$ betrachtet. Sie werden durch alle vier vorgestellten Theorien gleichermaßen gut beschrieben, und die relative Abweichung von den simulierten Eigenfrequenzen zu den Frequenzen der *EB*-Theorie ist deutlich kleiner als 1 Prozent. In Abbildung 2.28 sind die Simulationsdaten mit dem *Ritz*- und dem *alt*-Modell verglichen. Dabei beschreibt die Formel von ω_{alt} aus der Formel 2.35 sehr gut die Simulationswerte der ω_{FEM} für eine ausgewählte Säulengeometrie, wohingegen ω_{Ritz} eine starke Abweichung von den simulierten Ergebnissen für $\varphi > 0.5$ liefert. Damit ist gezeigt, dass sich die *Ritz*-Methode zur exakten Bestimmung der Eigenfrequenz für invertiert konische Zylinder nicht eignet. Aus diesem Grund wird das Modell *alt* in Abbildung 2.29 für weitere Säulengeometrien überprüft. Dazu wird einmal der Radius r und einmal der Winkel φ festgehalten, und die jeweils anderen freien Geometrie Größen r , h , φ werden so variiert, dass annähernd der gesamte Bereich, der in dieser Doktorarbeit experimentell untersuchten GaAs-Säulen, abgedeckt wird.

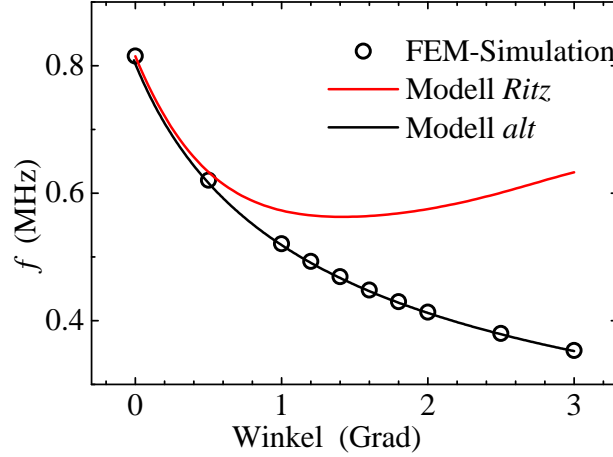


Abbildung 2.28: Vergleich zwischen den FEM-Simulationen (Symbole) und den Eigenfrequenz-Modellen (Kurven) in Abhängigkeit des Winkels φ mit folgenden Parametern: $E = 45$ GPa, $\rho = 5307$ kg/m³, Aspektverhältnis $K = 0.01$, $h = 10$ μ m

Wie in der Abbildung 2.29 zu erkennen ist, beschreibt der funktionale Zusammenhang zwischen ω_{alt} und der Geometrie die Verläufe der simulierten Werte für alle dargestellten Geometrien sehr gut. Die maximale relative Abweichung für ein Aspektverhältnis von $K < 0.1$ und einem Winkel φ von 0.5 bis 3 Grad liegt bei knapp einem Prozent. Somit ist in Gleichung 2.35 ein gültiger Zusammenhang zwischen der Eigenfrequenz, der geometrischen Abmessungen und dem E -Modul ω im untersuchten Parameterbereich gefunden.

2.6.5 Auswertung des E -Moduls für $K < 0.1$

Da nun der funktionale Zusammenhang zwischen der Eigenfrequenz und den Materialkonstanten sowie der Geometrie hergestellt wurde, werden im Folgenden die im Reflexionsdetektionsaufbau bestimmten Eigenfrequenzen sowie der im REM bestimmten Geometrien mit der Formel

$$\omega_{alt} = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \cdot G_{alt} \quad \text{mit} \quad G_{alt} = \frac{r}{h^2} \sqrt{\frac{15}{5 + 4\frac{h}{r} \tan(\varphi)}} = G_{EB} \cdot \sqrt{\frac{15}{5 + 4\frac{h}{r} \tan(\varphi)}} \quad (2.36)$$

ausgewertet. In Abbildung 2.30 links ist die Eigenfrequenz gegen den Geometriefaktor G_{alt} dargestellt. Im Gegensatz zu der reinen $EB + S$ -Theorie verläuft diesmal die Fitgerade durch den Ursprung. Somit kann bei einer Dichte $\rho(\text{GaAs}) = 5307$ kg/m³ [61] direkt aus der Steigung der Geraden s der Wert des E -Moduls bestimmt werden, da

$$s = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (2.37)$$

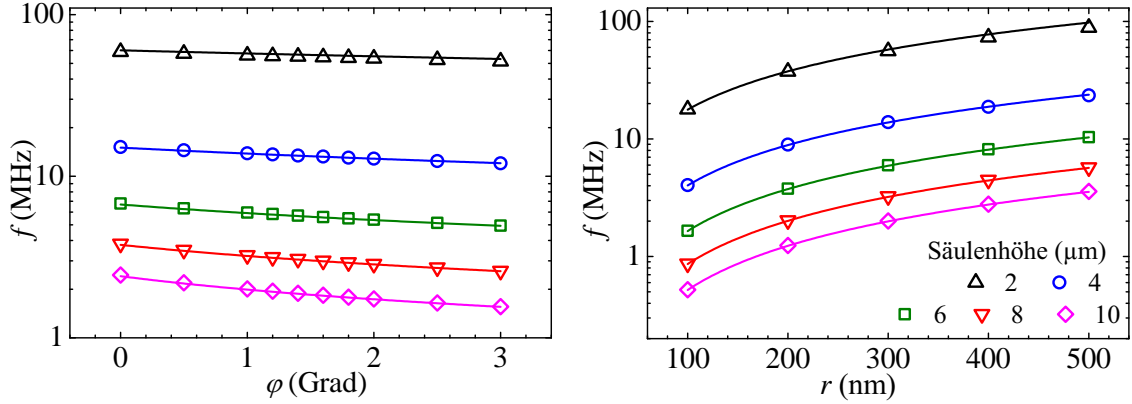


Abbildung 2.29: Links und rechts ist der Verlauf der Eigenfrequenzen in Abhängigkeit von φ , h und r dargestellt, wobei links $r = 300$ nm und rechts $\varphi = 1$ Grad festgehalten wurden. Die eingezeichneten Kurven sind die direkte Darstellung der Funktion f_{alt} (ohne freien Parameter), und die Symbole sind die einzelnen FEM-Simulationswerte für die jeweilige Geometrie ($E = 45$ GPa, $\rho = 5307$ kg/m³)

ist. Aus der Steigung (siehe rote Gerade aus Abbildung 2.30 links) ergibt sich ein E -Modul von $E = 45 \pm 3$ GPa. In Abbildung 2.30 rechts wird nun für jede einzelne

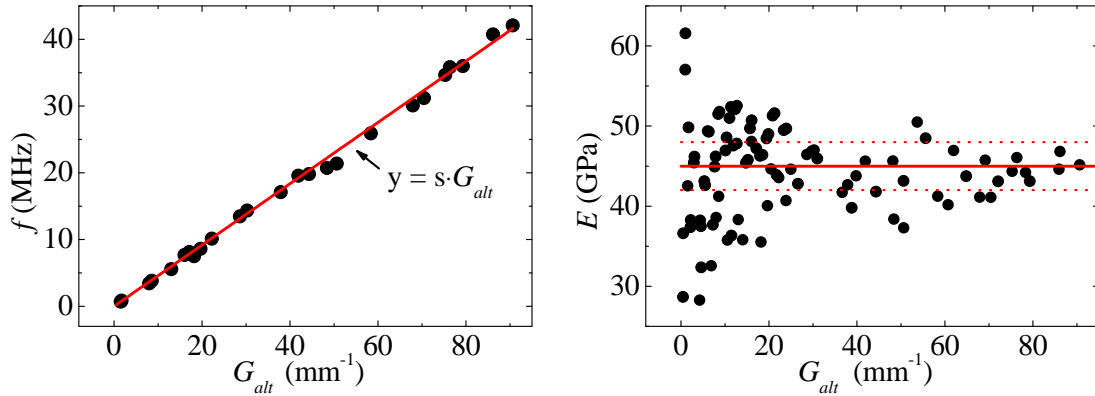


Abbildung 2.30: Links ist die Eigenfrequenz und rechts der E -Modul gegen den Geometriefaktor G_{alt} dargestellt ($\rho = 5307$ kg/m³).

Säulengeometrie der E -Modul mit der Formel 2.36 bestimmt, woraus sich die Verteilung des E -Moduls in Abhängigkeit des Geometriefaktors G_{alt} ergibt. Deutlich zu erkennen ist, dass für kleine Geometriefaktoren G_{alt} die Streuung um den zuvor aus der Steigung bestimmten E -Modulbereich $E = 45 \pm 3$ GPa zunimmt. Dies ist einem größeren Messfehler für kleinere Rumpfradien geschuldet (siehe Unterkapitel 2.1.2). Aufgrund der symmetrischen Verteilung der E -Modulwerte um $E = 45$ GPa ist gezeigt, dass die in dieser Arbeit vorgestellten GaAs-Säulen ein geometrieunabhängiges E -Modul besitzen und somit der E -Modul als eine Materialkonstante

angesehen werden kann.

2.6.6 Federhärten invertiert konischer Zylinder mit $K < 0.1$

Nachdem der E -Modul von invertiert konischen Zylindern bestimmt wurde, können nun darauf aufbauend die Federhärten hergeleitet werden. Neben dem wissenschaftlichen Interesse der Federhärtenbestimmung invertiert konischer, „top-down“ hergestellter GaAs-Zylinder, ist die Bestimmung der Federhärte Grundvoraussetzung zur Kalibration des thermischen Rauschens eines Resonators (siehe Unterkapitel 2.4.1) wie auch eine der wichtigsten physikalischen Größen bei sensorischen Anwendungen, beispielsweise der Zellkraftsensorik (siehe Unterkapitel 4).

Dabei ist der Zusammenhang zwischen Auslenkung der Säule $X(h)$ an der Stelle $z = h$ und der angelegten äußeren Punktkraft K_h am Säulenkopf durch das Hookesche Gesetz gegeben

$$K_h = k \cdot X(h), \quad (2.38)$$

wobei k die Federkonstante oder Federhärte ist. Die Bestimmung der Federhärte erfolgt sowohl analytisch wie auch mit FEM-Simulationen. Um die Federhärte der GaAs-Säule analytisch zu bestimmen, wird die Differenzialgleichung für eine am Säulenkopf angreifende Kraft aufgestellt. Dabei folgt aus der Gleichung 2.28, dass die innere Spannung F_x für eine Punktkraft bei $z = h$ entlang der Säule konstant und $F_x = -K_h$ [82] ist. Die Lösung der Differenzialgleichung

$$E \frac{d}{dz} \left(I(z) \frac{d^2 X(h)}{dz^2} \right) = -K_h \quad (2.39)$$

mit den Randbedingungen (siehe Unterkapitel 2.6.3) eines einseitig eingespannten Balkens liefert für die Auslenkung $X(h)$ folgenden Ausdruck

$$X(h) = \frac{4h^3}{3\pi E r^4 \left(1 + \frac{h}{r} \tan(\varphi)\right)} K_h. \quad (2.40)$$

Mit der Gleichung 2.38 gilt

$$k = \frac{K_h}{X(h)} = \frac{3\pi E r^4}{4h^3} \left(1 + \frac{h}{r} \tan(\varphi)\right). \quad (2.41)$$

Für einen Zylinder (Unterkehligkeit $\varphi = 0$) entspricht der Wert der Federhärte k_{zyl} exakt dem Literaturwert [35]

$$k_{zyl} = \frac{3\pi E r^4}{4h^3}. \quad (2.42)$$

Ähnlich wie im Unterkapitel 2.6.4 kann die Gültigkeit der analytischen Lösung von invertiert konischen Zylindern mit FEM-Simulationen überprüft werden. Um auf die

Federhärte $k_{FEM} = F_{FEM}/X_{FEM}(h)$ zu schließen, wird im *Comsol*-Programm eine definierte Kraft F_{FEM} am Säulenkopf angesetzt und die Auslenkung am Säulenkopf $X_{FEM}(h)$ ausgewertet.

In Abbildung 2.31 wird ähnlich wie bei der Eigenfrequenzbestimmung ein mög-

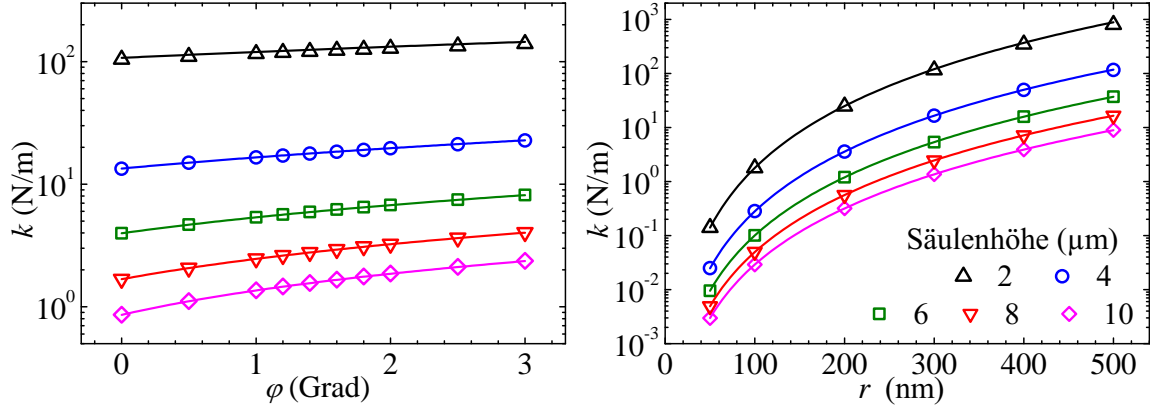


Abbildung 2.31: Links und rechts ist der Verlauf der Federhärte in Abhängigkeit von φ , h und r dargestellt, wobei links $r = 300$ nm und rechts $\varphi = 1$ Grad festgehalten wurde. Die eingezeichneten Kurven sind die direkte Darstellung der Formel 2.41 (ohne freien Parameter) und die Symbole sind die einzelnen FEM-Simulationswerte für die jeweilige Geometrie ($E = 45$ GPa, $\rho = 5307$ kg/m³)

lichst großer Geometriebereich abgedeckt, um die Gültigkeit der Formel zu zeigen. Der Vergleich mit den FEM-Simulationen zeigt für ein Aspektverhältnis $K < 0.1$ eine relative Abweichung von weniger als 1 Prozent. Somit ist die Gültigkeit der Formel 2.41 in dem untersuchten Parameterraum bestätigt. Die in dieser Arbeit untersuchten GaAs-Säulen besitzen Federhärten, die über 9 Größenordnungen variieren. Während die härtesten Säulen Federhärten von $2 \cdot 10^4$ N/m erreichen, betragen die kleinsten Federhärten nur $3 \cdot 10^{-5}$ N/m. Diese ultra weichen Säulen sind vergleichbar mit den kleinsten Federhärten von „bottom-up“ hergestellten Nanodrähten [26]. Somit können kleinste Kräfte (im pN-Bereich), wie beispielsweise die Kraftübertragung einer migrierenden Zelle auf eine Säule, mit einer Genauigkeit von einigen 10 Nanometern in einem optischen Mikroskop aufgelöst werden. Dies wird im Unterkapitel 4 ausgenutzt und beschrieben.

Kapitel 3

Mechanische Charakterisierung zweidimensionaler Säulengitter

3.1 Einleitung und Motivation

Ausgehend von den statischen und dynamischen Eigenschaften einzelner Säulen (siehe Kapitel 2) werden in diesem Kapitel Felder mit einer großen Anzahl von invertiert konischen Säulen vorgestellt. Die im Unterkapitel 2.2.1 erwähnten externen Detektionsmethoden sowie die in dieser Arbeit vorgestellte Reflexionsdetektionsmethode (siehe Unterkapitel 2.2.2) eignen sich nicht für die gleichzeitige Untersuchung vieler Säulen.

Somit resultiert daraus die zu lösende Aufgabenstellung nach einer neuen Detektion, welche die gleichzeitige Untersuchung einer großen Anzahl von einseitig eingespannten, senkrecht auf dem Substrat stehender nano-/mikromechanischer Säulen erlaubt. Eine solche Detektionsmethode ermöglicht es, der Fragestellung nachzugehen, welche Eigenschaften resonant getriebene Säulenfelder aufweisen. Neben dieser Motivation stellen Nanoresonatoren, insbesondere große Felder von ihnen, ein großes Potential für sensorische Anwendungen dar, wobei eine passende Detektion Grundvoraussetzung ist. Im Folgenden wird das wissenschaftliche Interesse anhand der Kraftsensorik beschrieben, um anschließend zu erörtern, inwieweit sich Felder aus senkrecht auf dem Substrat stehenden GaAs-Säulen für sensorische Anwendungen eignen.

Ein herausforderndes Testobjekt für die Kraftdetektion sind lebende Zellen. Sie generieren Kräfte aufgrund verschiedenster Zellprozesse, wie beispielsweise der Migration, Zellteilung, Kontraktion oder der Adhäsion an Oberflächen. So kann die Zellkraftspektroskopie Aufschluss über Migrationsmechanismen geben. Beispielsweise erzeugen Fibroblasten und Tumorzellen mechanische Kräfte [84], [85], um sich durch das Bindegewebe fortzubewegen. Aus diesem Grund ist die Analyse von Zellkräften nicht nur in der Grundlagenforschung von großem Interesse, sondern auch

in den angewandten Bereichen der Pharmakologie und Medizin. Die Anforderungen an den Sensor sind eine hohe Sensitivität, um beispielsweise Kräfte einer Zelle im Bereich von wenigen Piconewton [83] aufzulösen, wie auch das Abbilden der örtlichen Kraftverteilung entlang einer Zelle. Folglich muss der Sensor nicht nur sehr kleine Federhärten besitzen, sondern benötigt für die örtliche Kraftverteilung auch eine hohe Integrationsdichte der Federn (detaillierte Informationen siehe Unterkapitel 4). Aufgrund intensiver, wissenschaftlicher Aktivitäten der letzten Jahre ist eine Vielzahl verschiedener Untersuchungsmethoden zur Zellkraftanalyse entwickelt worden, wovon einige im Folgenden vorgestellt werden.

Mittels optischer Pinzette [86] und Mikropipetten [87] können Kräfte im Piconewton-Bereich aufgelöst werden. Diese Technologien, genau wie die Zellkraftmessung mittels eines AFMs [88], beschränken sich jeweils auf punktuelle Zellvermessungen. Andere Messmethoden erlauben eine Untersuchung entlang der Zelle. Die meisten Arbeiten benutzen als Materialsystem Polymere, welche entweder als flexibler Untergrund für zweidimensionale [30], [31], [32] oder als Volumenmaterial für dreidimensionale [89] Kraftmessungen dienen. Dies ermöglicht Orts- und Kraftauflösungen im Nanometer- bzw. Nanonewtonbereich. Der Hauptnachteil dieser Systeme ist, dass der Kraftsensor komplett aus einem Polymer besteht, wodurch schwer kontrollierbare elastische Eigenschaften auftreten, da sich sowohl die Feder wie auch das Substrats verformen [90]. Um dreidimensionale Kraftübertragungen der Zelle aufzulösen, werden kleine fluoreszierende Kugeln in ein Polymer-Gel eingearbeitet und deren Auslenkung aus ihrer Ruheposition im konfokalen Mikroskop verfolgt. Dabei werden in der Zellumgebung bei einer Zellgröße von ca. 100 μm bis zu 80000 Kugeln analysiert. Aufgrund der unbekannten Ausgangslage jeder einzelnen Kugel und der elastischen Gesamtumgebung ist die Auswertung äußerst zeitaufwendig und nur mit Hochleistungsrechnern realisierbar.

Eine auf Halbleitertechnologie basierende Variante sind flexible GaP Nanodrähte [26]. Im Gegensatz zu den FEM-Simulationen der dreidimensionalen Kraftmessungen in Polymeren, geben Verbiegungen der Nanodrähte aufgrund einer Trennung zwischen dem faktisch nichtflexiblen Substrat und den flexiblen Nanodrähten direkt Aufschluss über die wirkenden Kräfte. Diese Drähte lassen sich vordefiniert positionieren, besitzen reproduzierbare elastische Eigenschaften und haben aufgrund ihrer kleinen Aspektverhältnisse im Gebiet der Nanomechanik eine der kleinsten realisierten Federhärten ($k < 10^{-4}$ N/m). Somit können kleinere Kräfte (im Bereich von Piconewton) als mit Polymer-Säulen [31] aufgelöst werden, wobei der Vorteil der örtlichen Kraftverteilung im Gegensatz zur optischen Pinzette erhalten bleibt. Eine große Herausforderung ist die Herstellung reproduzierbarer, senkrecht auf dem Substrat stehender Nanodrähte. Mit der „top-down“-Methode war es bisher aufgrund von Limitierungen der Lithographie (siehe Unterkapitel 2.1) nicht möglich, vergleichbare Federhärten wie die der Nanodrähte herzustellen. In dieser Arbeit wird gezeigt, dass dieser Bereich mit invertiert verjüngten Säulen erschlossen wird. Im Kapitel 4 wird die Realisierung eines biokompatiblen Zellkraftsensors anhand von zweidimensionalen GaAs-Säulenfeldern die durch Fluoreszenzmikroskopie vorgestellt.

In diesem Kapitel werden zuvor die verwendeten Probendesigns zweidimensionaler Gitter beschrieben. Dabei besteht ein Säulengitter typischerweise aus mehreren tausend Einzelsäulen. Eine Charakterisierung dieser würde mit der im Unterkapitel 2.2.2 vorgestellten Reflexionsdetektion mehrere Wochen dauern. Aus diesem Grund wurden zwei neue Detektionsmethoden zur gleichzeitigen Detektion vieler nanoskaliger GaAs-Säulen entwickelt. Diese werden im Hauptteil dieses Kapitels beschrieben.

3.2 Probendesign zweidimensionaler Säulengitter

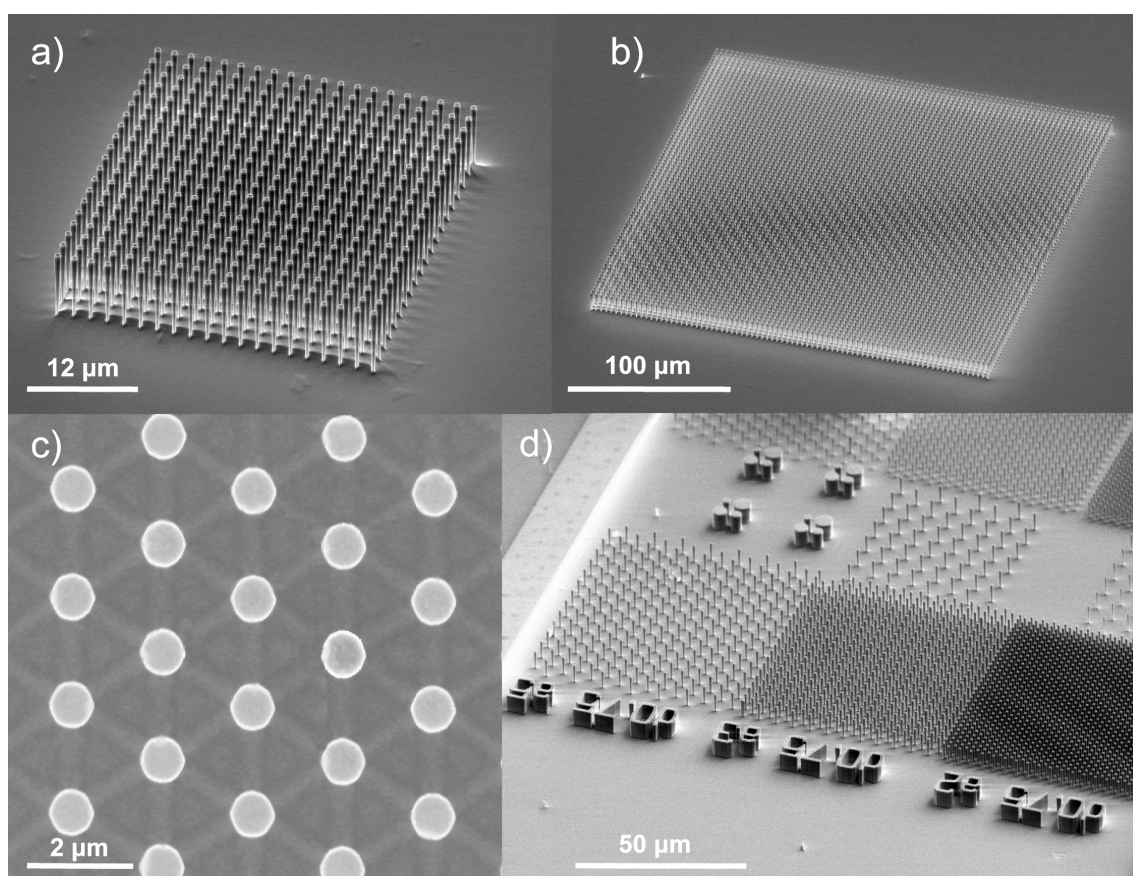


Abbildung 3.1: REM Aufnahme von a), b) quadratisch angeordneten Säulen in einen 20 x 20 bzw. 80 x 80 großen Säulenfeld. In c) und d) ist die Draufsicht bzw. eine verkippte Ansicht von hexagonal angeordneten Säulen mit Orientierungsmarkierungen zu sehen.

In diesem Abschnitt werden die Probendesigns zweidimensionaler Säulengitter vorgestellt. Die im Unterkapitel 2.1 beschriebene Probenprozessierung einzelner Säulen lässt sich aufgrund des Herstellungsverfahrens auch auf großflächig strukturierte Felder mit senkrecht auf dem Substrat stehenden Säulen übertragen. Dabei werden in

dieser Doktorarbeit vor allem quadratisch und hexagonal angeordnete periodische Säulen verwendet (siehe Abbildung 3.1). Die hexagonalen Säulenfelder werden bevorzugt im Kapitel 4 zur Kraftmessung an lebenden Zellen verwendet, da hier die nächsten Säulennachbarn denselben Abstand haben. Typische Gitterpunkt Abstand p liegen im einstelligen Mikrometerbereich zwischen 1 und 5 Mikrometern. Aufgrund der hohen Integrationsdichte senkrecht auf dem Substrat stehender Säulen wurden auf einer Fläche von ca. einem Quadratzentimeter mehr als einer Million einzelner Säulen hergestellt.

3.3 Einführung in die Fourieroptik

Im folgenden Unterkapitel wird die Fourieroptik anhand des Doppelspaltes eingeführt. Die Grundlagen der Fourieroptik werden ausführlich in der Literatur [91], [92] diskutiert. In diesem Abschnitt werden die benötigten mathematischen Eigenschaften und Formulierungen vorgestellt. Anschließend wird angenommen, dass sich das zweidimensionale Säulengitter mit den reflektierenden Säulenköpfen als zweidimensionales Kreisscheibengitter beschreiben lässt. Die Fouriertransformation (FT) der periodisch angeordneten Kreisscheiben entspricht dann der elektrischen Feldverteilung, welche im Beugungsexperiment überprüft wird.

Dabei wird die zweidimensionale Fouriertransformation wie folgt definiert:

$$f(x, y) = \frac{1}{(2\pi)^2} \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} F(k_x, k_y) e^{-i(k_x x + k_y y)} dk_x dk_y \quad (3.1)$$

$$FT \{f(x, y)\} = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) e^{i(k_x x + k_y y)} dx dy = F(k_x, k_y). \quad (3.2)$$

3.3.1 Theorie zur Beugung am Doppelspalt

Trifft eine monochromatische, kohärente, ebene Welle auf einen Doppelspalt, so wird nach dem Huygens'schen Prinzip jeder Spalt gleichphasig angeregt und sendet isotrope Kugelwellen aus, welche aufgrund des Wegunterschiedes zum Schirm interferieren. Dieses Interferenzmuster ist in Abbildung 3.2 mittels FDTD-Simulationen (siehe Unterkapitel 2.3) veranschaulicht.

Mathematisch lässt sich das Intensitätsprofil nach dem Doppelspalt mithilfe des Faltungssatzes der Fouriertransformation analytisch lösen. Dieser besagt, dass die Fouriertransformierte einer Faltung zweier Funktionen, dem Produkt der Fourier-

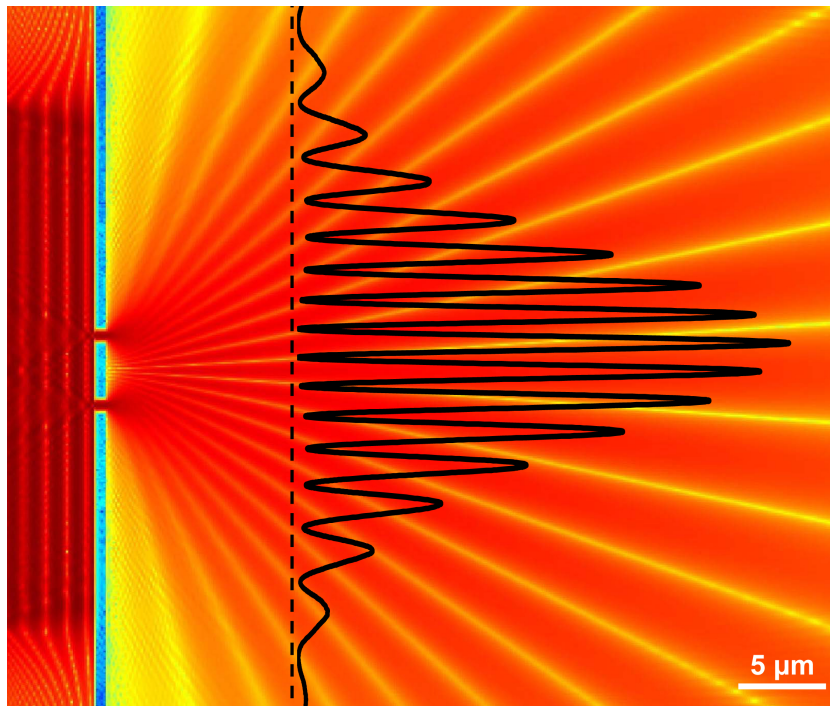


Abbildung 3.2: Logarithmische Darstellung der Lichtintensität einer nach rechts propagierenden ebenen Welle, welche an einem Doppelspalt gebeugt wird, wobei die rote Farbkodierung einer hohen und gelb einer niedrigen Intensität entspricht. Der eingefügte Kurvenverlauf zeigt das Intensitätsprofil entlang der gestrichelten Linie.

transformierten der beiden Funktionen entspricht:

$$g(x') = f(x') \otimes h(x') = \int_{-\infty}^{\infty} f(x)h(x' - x)dx \quad (3.3)$$

$$FT\{g\} = FT\{f \otimes h\} = FT\{f\} \cdot FT\{h\}. \quad (3.4)$$

Damit kann die Blendenöffnungsfunktion $g(x')$ eines Doppelspaltes als Faltung einer Einfachspaltöffnungsfunktion $f(x')$ (Rechteckfunktion) mit zwei δ -Funktionen $h(x')$ an den Positionen der Spaltmitten beschrieben werden. Die Fouriertransformaten der einzelnen Funktionen g und f sind bekannt [92]. Nach dem Faltungstheorem ist nun das Gesamtbeugungsbild das Produkt der einzelnen Fouriertransformaten. Dieser Zusammenhang ist in Abbildung 3.3 graphisch dargestellt, und aus der fouriertransformierten Blendenöffnungsfunktion ergibt sich die elektrische Feldverteilung $E(k)$. Die Intensitätsverteilung $I(k)$ (siehe Abbildung 3.2) berechnet sich aus dem Betragsquadrat der elektrischen Feldverteilung $|E(k)|^2$.

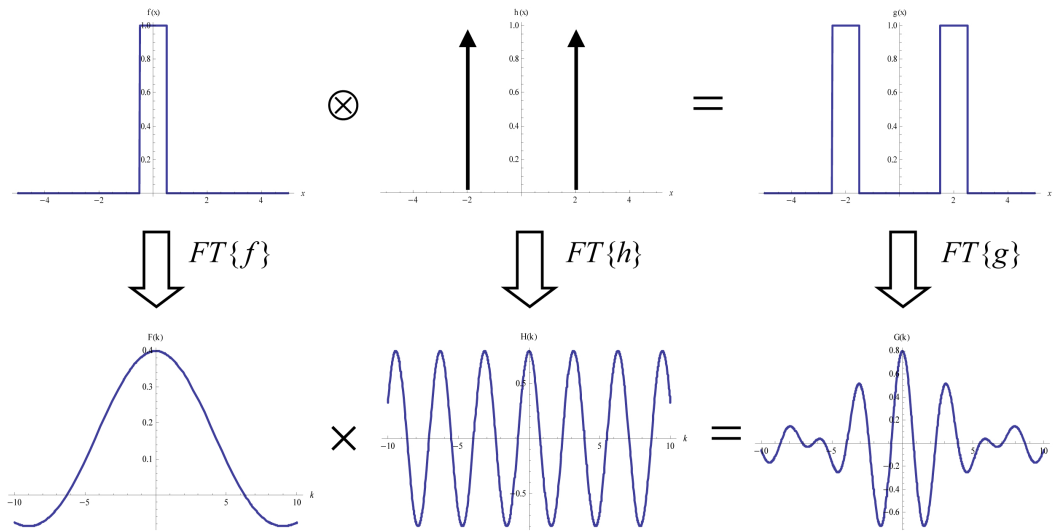


Abbildung 3.3: Grafische Darstellung der FT eines Doppelspaltes nach dem Faltungstheorem

3.3.2 Theorie zur Beugung am zweidimensionalen Kreisscheibengitter

Nun werden die vorher beschriebenen Methoden der Fourieroptik auf ein zweidimensionales, quadratisches Gitter aus Kreisscheiben angewendet. Diese mathematische Beschreibung ist eine gute Näherung der im Unterkapitel 3.2 vorgestellten Säulengitter, wie auch in Abbildung 3.4 erkennbar ist.

Die Öffnungsfunktion $a(x, y)$ einer solchen Anordnung mit $N \times M$ Elementen, ei-

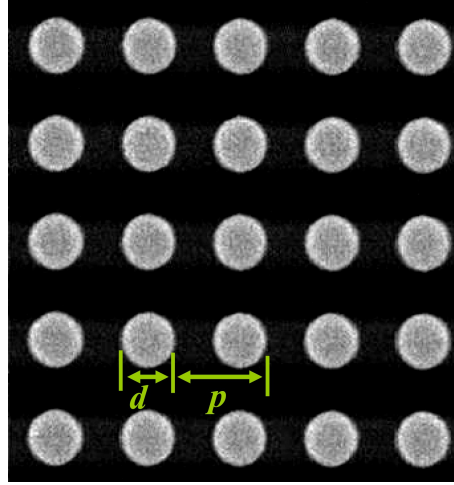


Abbildung 3.4: REM Draufsicht eines 5 x 5 GaAs-Säulengitters mit quadratischer Anordnung, einem Säulenkopfdurchmesser $d = 1 \mu\text{m}$ und einem periodischen Säulenabstand $p = 2 \mu\text{m}$

dem Kreisradius d und einem Gitterpunkt Abstand p lässt sich mathematisch als Faltung eines quadratischen Gitters aus δ -Funktionen und einer Kreisblendenfunktion $a_e(x, y)$ formulieren.

$$\begin{aligned}
 a(x, y) &= a_e(x, y) \otimes \sum_{n=0}^{N-1} \delta(x/p - n) \sum_{m=0}^{M-1} \delta(y/p - m) \\
 &= a_e(x, y) \otimes p^2 \sum_{n=0}^{N-1} \delta(x - np) \sum_{m=0}^{M-1} \delta(y - mp) \quad (3.5) \\
 \text{mit } a_e(x, y) &= \begin{cases} 1 & \text{für } x^2 + y^2 = (d/2)^2 \\ 0 & \text{sonst} \end{cases}
 \end{aligned}$$

Die Fouriertransformierte von $a(x, y)$ lässt sich mit Hilfe der geometrischen Reihe und einigen Umformungen wie folgt ausrechnen. Eine ausführliche Beschreibung der verwendeten mathematischen Operationen ist im Anhang A.3 sowie in Literatur [93] zu finden.

$$\begin{aligned}
 FT \{a(x, y)\} &= E(k_x, k_y) = p^2 A_e(k_x, k_y) \sum_{n=0}^{N-1} (e^{-ik_x p})^n \sum_{m=0}^{M-1} (e^{-ik_y p})^m \\
 &= p^2 A_e(k_x, k_y) \frac{e^{-ik_x p N} - 1}{e^{-ik_x p} - 1} \cdot \frac{e^{-ik_y p M} - 1}{e^{-ik_y p} - 1}, \quad (3.6)
 \end{aligned}$$

wobei $A_e(k_x, k_y)$ die fouriertransformierte Kreisscheibenfunktion $FT \{a_e(x, y)\}$ und die Besselfunktion 1. Art der Ordnung 1 ist [94].

Die Intensitätsverteilung $I(k_x, k_y)$ ist

$$\begin{aligned} I(k_x, k_y) &\propto E(k_x, k_y) \cdot E^*(k_x, k_y) \\ &= p^4 A_e^2(k_x, k_y) \left(\frac{\sin(N \frac{k_x p}{2})}{\sin(\frac{k_x p}{2})} \right)^2 \left(\frac{\sin(M \frac{k_y p}{2})}{\sin(\frac{k_y p}{2})} \right)^2. \end{aligned} \quad (3.7)$$

Für den Spezialfall $N = M = 1$ folgt auch wie zu erwarten die Intensitätsverteilung einer einzelnen Kreisscheibe. Die gebeugte Lichtintensitätsverteilung des Kreisscheibengitters wird in der Beugungsebene beobachtet, welche sich im Abstand s zum Beugungsobjekt (Kreisscheibengitter) befindet. Durch das Quadrieren der elektrischen Feldverteilung geht die Phaseninformation verloren. Aus diesem Grund kann durch die Rücktransformation der Intensitätsverteilung nicht eindeutig auf das Kreisscheibengitter geschlossen werden. Jedoch bleiben die Nullstellen und die Extrema erhalten. Weitere wichtige Informationen, wie beispielsweise eine Störung der perfekten Periodizität, gehen nicht verloren. Diese Eigenschaft wird im Unterkapitel 3.5 ausgenutzt.

In Abbildung 3.5 ist die normierte Intensität $I(X, Y)/I(0, 0)$ aus der Formel 3.7 auf einem kugelsymmetrischem Monitor dargestellt, wobei $I(0, 0)$ der Grenzwert der Intensität für X, Y gegen Null ist. Dabei gilt folgender Zusammenhang: $k_x = k \cdot X/s$ und $k_y = k \cdot Y/s$, wobei $k = 2\pi/\lambda$ der Wellenvektor ist. Im Falle einer Ebene als Betrachtungsmonitor gilt dieser Zusammenhang nur für kleine Beugungswinkel (kleiner 5 Grad) und für größere Beugungswinkel muss der Monitor kugelsymmetrisch sein, um Verzerrungen zu vermeiden (siehe Unterkapitel 3.4).

Im Fall einer eindimensionalen Kette bestehend aus $N = 10$ Kreisscheiben (siehe Abbildung 3.5 links) besitzt die normierte Intensitätsverteilung $I(X, Y = 0)/I(0, 0)$ in dem ausgewählten Abschnitt 5 Hauptmaxima, $N-2$ Nebenmaxima zwischen jeweils zwei benachbarten Hauptmaxima und die einhüllende Funktion, welche der fouriertransformierten Kreisscheibenfunktion entspricht. Der reziproke Gittervektor der Hauptmaxima ist $2\pi/p$. Die Nebenmaxima haben ihren Ursprung in der Endlichkeit der Kette bzw. des Gitters und besitzen einen kleineren Gittervektor $2\pi/pN$. In Abbildung 3.5 rechts ist das Beugungsbild eines 10×10 großen Kreisscheibengitters dargestellt. Ähnlich wie im eindimensionalen Fall sind nun 5×5 Hauptmaxima mit 8 Nebenmaxima zwischen jeweils zwei benachbarten Hauptmaxima sowie der einhüllenden Besselfunktion 1. Art der Ordnung 1 abgebildet.

3.4 Beugungsdetektion am starren Säulengitter

Wie in der Einleitung 3.1 beschrieben, wird nach einer Detektionsmethode gesucht, welche viele Säulen gleichzeitig charakterisieren kann. Dazu eignen sich die im Unterkapitel 2.2.1 beschriebenen externen Detektionsmethoden sowie die in dieser Arbeit

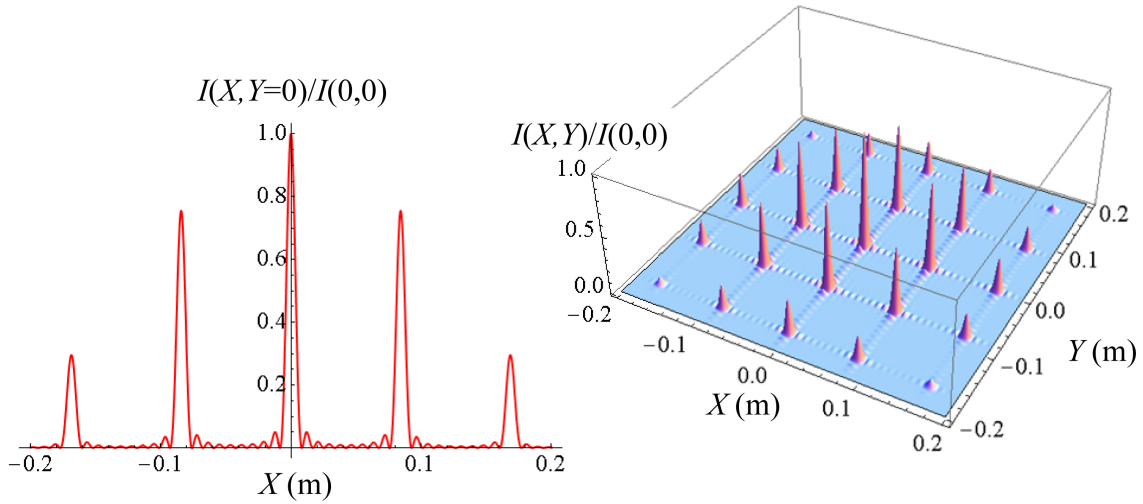


Abbildung 3.5: Links ist die normierte Intensitätsverteilung für $Y = 0$ einer eindimensionalen Kreisscheibenkette ($N = 10$) und rechts die normierte Intensitätsverteilung der FT eines 10×10 quadratischen Säulengitters auf einem kugelsymmetrischen Monitor dargestellt. Folgende Parameter wurden verwendet: $p = 3 \mu\text{m}$, $d = 1 \mu\text{m}$, $\lambda = 633 \text{ nm}$, $\alpha = 0$ und $s = 40 \text{ cm}$.

vorgestellte Reflexionsdetektionsmethode (siehe Unterkapitel 2.2.2) nicht, da sie jeweils nur einzelne Nanoresonatoren untersuchen.

In diesem Unterkapitel wird zunächst der experimentelle Aufbau zur Messung der Lichtbeugung an starren Säulengittern vorgestellt und mit der zuvor hergeleitenden analytischen Formel der Intensitätsverteilung von einem Kreisscheibengitter (siehe Gleichung 3.7) verglichen. Anschließend wird diese Beugungsdetektion auch für resonant getriebene Säulenfelder verwendet. Dabei führen Schwingungen der Säulen zu einem dynamischen Säulengitter (Beugungsgitter), wodurch sich auch Änderungen im Fourierraum (reziproken Raum) ergeben. Es wird gezeigt, dass die resonant getriebenen Säulenfelder mittels der Beugungsdetektion charakterisiert werden können. Somit ermöglicht diese Detektion die gleichzeitige Charakterisierung vieler periodisch angeordneter Säulen.

3.4.1 Beugungsdetektionsaufbau

Der optische Aufbau der Beugungsdetektion (siehe Abbildung 3.6) zeichnet sich durch seine Einfachheit aus. Neben der Probe und dem Antriebspiezo zur resonanten Anregung der Säulen (siehe Unterkapitel 2.5.1) besteht der optische Aufbau im Wesentlichen aus einem Helium-Neon-Laser (Leistung $P = 1,5 \text{ mW}$, Wellenlänge $\lambda = 633 \text{ nm}$) und einer Detektionsvorrichtung (Monitor oder CCD-Kamera). Der Laserstrahl trifft unter einem frei wählbaren Winkel α auf die Probe, welche mit ei-

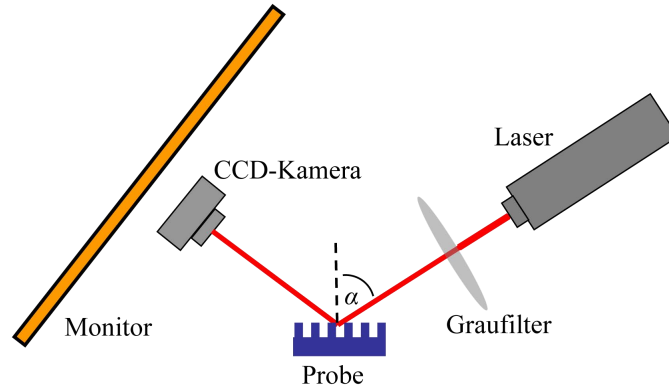


Abbildung 3.6: Skizze des experimentellen Beugungsaufbaues

ner Positioniereinheit im Strahlengang positioniert wird. Als reflektierende Oberfläche dienen dabei die Säulenköpfe und das Substrat. Zur Charakterisierung des Beugungsbildes, welches sich aus dem gebeugten Laserstrahl in Reflexion ergibt, wird die Intensitätsverteilung von einem Monitor mit einer herkömmlichen Digitalkamera abfotografiert oder die lokale Intensitätsverteilung mittels einer positionierbaren CCD-Kamera analysiert. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen werden im nächsten Abschnitt vorgestellt.

3.4.2 Experimentelle Bestimmung des Beugungsbildes

Im Folgenden trifft der Laserstrahl unter einem Winkel $\alpha = 0$ Grad (siehe Abbildung 3.6) auf die Probe mit einem 80×80 großen Säulenfeld, ohne die Säulen mit einem Piezo zu Schwingungen anzuregen (starres Säulenfeld). Das Beugungsbild wird auf dem Monitor, dessen Flächennormale parallel zum totalreflektierten Laserstrahl ist und sich zwischen dem Laser und der Probe befindet, mit einer Digitalkamera abfotografiert. Der Monitor besitzt in der Mitte eine Aussparung damit der Laserstrahl ungehindert auf die Probe treffen kann. Da dieser jedoch keine Kugelsymmetrie besitzt und wesentlich größere Beugungswinkel als 5 Grad auftreten (siehe Unterkapitel 3.3.2), ist das perfekte quadratische Beugungsgitter verzerrt. Diese Verzerrung lässt sich berechnen, indem das kugelsymmetrische Beugungsbild auf eine Ebene projiziert wird, wobei der Radius der Kugel gleich dem Abstand s zwischen Monitor und Probe entspricht. Die Messung wurde mit den folgenden Parametern durchgeführt: $p = 3 \mu\text{m}$, $d = 2R = 1 \mu\text{m}$, $\lambda = 633 \text{ nm}$, $\alpha = 0$ und $s = 40 \text{ cm}$ und $N = M = 80$. Das dazugehörige experimentell resultierende Beugungsbild ist in Abbildung 3.7 dargestellt. In Abbildung 3.8 ist die berechnete Fouriertransformation (siehe Formel 3.7) eines 80×80 großen Kreisscheibengitters mit den identischen Abmessungen, welche in Abbildung 3.7 verwendet wurden, dargestellt, wobei die Projektion von einer Kugeloberfläche auf einen ebenen Monitor mitberücksichtigt

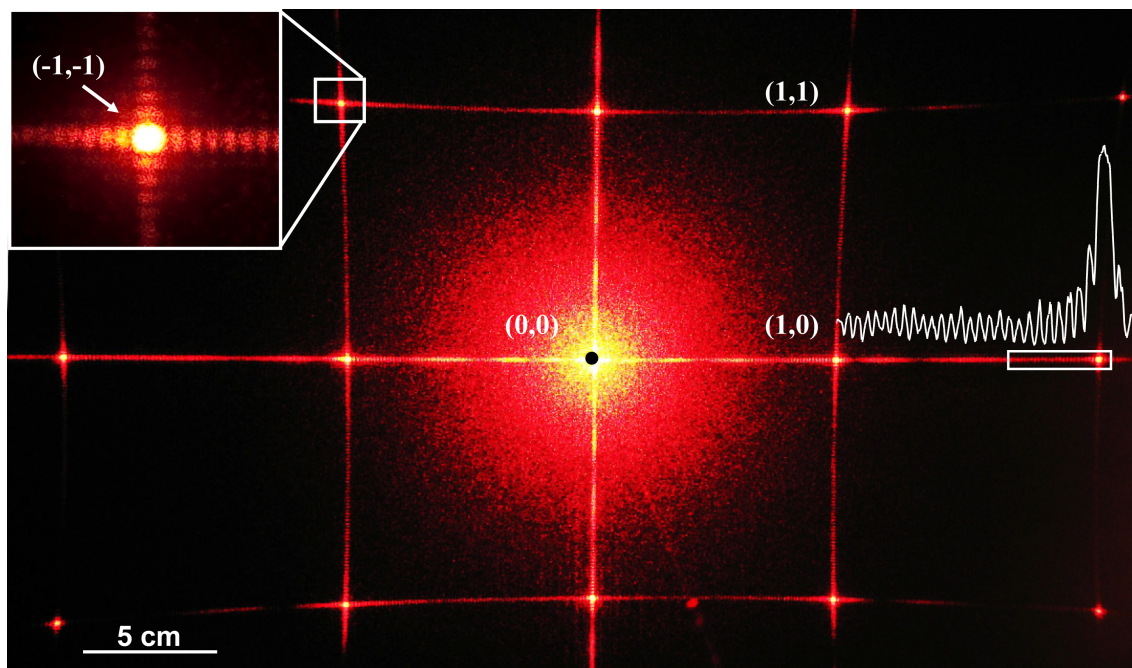


Abbildung 3.7: Abfotografiertes Beugungsbild eines quadratischen 80 x 80 großen Säulengitters mit einem roten Laser. In den runden Klammern sind die Beugungsordnungen, auch Braggreflexe genannt, nummeriert. Links oben im Bild befindet sich ein vergrößerter Ausschnitt und rechts eine Profildarstellung der Intensitätsverteilung des darunterliegenden Rechtecks.

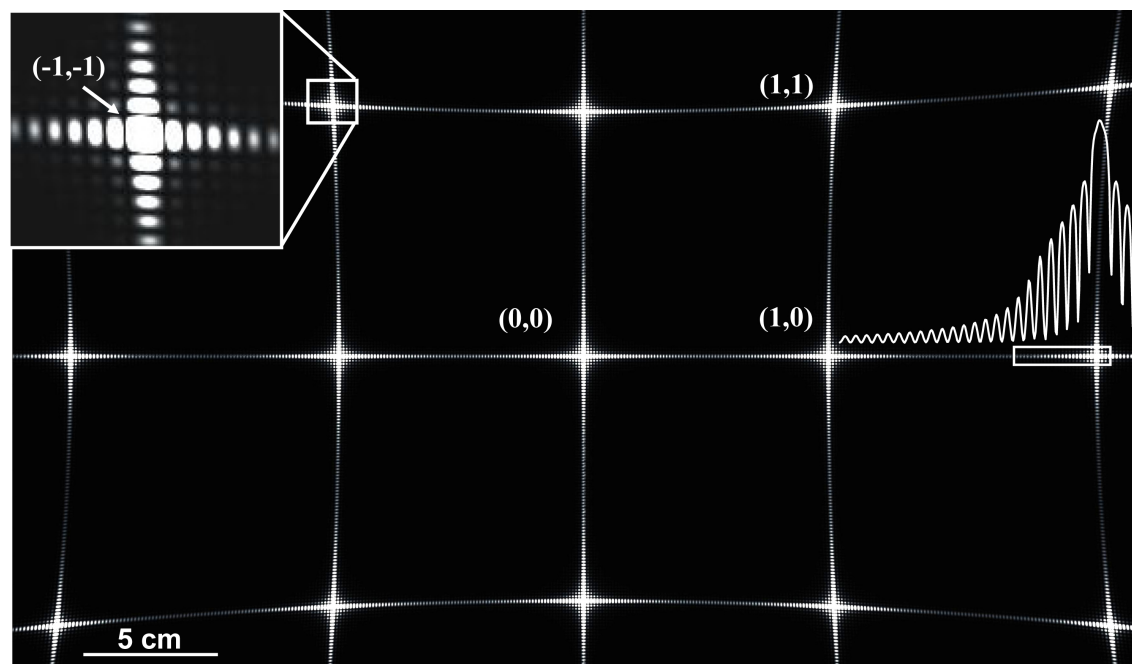


Abbildung 3.8: Berechnete Intensitätsverteilung eines 80 x 80 großen Kreisscheibengitters, mit identischen geometrischen Abmessungen wie sie in Abbildung 3.7 experimentell bestimmt wurden.

wurde. Die Berechnung sowie die Darstellung der Intensitätsverteilung benötigte mit einem Hochleistungsrechner mehrere Stunden Computerrechenzeit sowie mehr als 15 Gbit Arbeitsspeicher.

Der direkte Vergleich zwischen Abbildung 3.7 und Abbildung 3.8 zeigt eine gute Übereinstimmung in der Verzerrung des quadratischen Gitters, der Anzahl und den absoluten Abständen der einzelnen Haupt- und Nebenmaxima. In beiden Abbildungen beträgt die Anzahl der Nebenmaxima auf jeder Verbindungslinie zwischen zwei Hauptmaxima genau $N-2 = 78$. In Abbildung 3.7 befindet sich an der Position der nullten Beugungsordnung (0,0) eine Aussparung im Monitor, durch welches sowohl der einfallende wie auch der totalreflektierte Laserstrahl propagiert. Des Weiteren ist in der Messung verstärkt Streulicht im Bereich der nullten Ordnung erkennbar, welches aufgrund der Laserreflexion an der rauen Probenoberfläche auftritt.

Es wurde so gezeigt, dass die mathematische Formulierung der Intensitätsverteilung, welche sich aus der Fouriertransformation eines Kreisscheibengitters ergibt, ein hinreichend gutes Modell ist, um das experimentelle Beugungsbild von einem Säulengitter bestehend aus senkrecht auf dem Substrat stehenden Säulen mit reflektierenden Säulenköpfen zu erklären und zu rekonstruieren.

3.5 Dynamisches Beugungsgitter

Im Gegensatz zum starren Beugungsgitter wird in diesem Unterkapitel das Säulenfeld mit einem Scherpiezo resonant getrieben. Dieser Antriebsmechanismus wurde bereits im Unterkapitel 2.5.1 verwendet, um einzelne Säulen mit unterschiedlichen Geometrien resonant zu treiben und zu charakterisieren. Dazu werden Säulenfelder verwendet, wobei die einzelnen Säulen des Feldes mit denselben Herstellungsparametern hergestellt wurden, um somit eine möglichst identische Säulengeometrie aufzuweisen. Jedoch treten fabrikationsbedingt geringfügige Abweichungen in den geometrischen Abmessungen aufgrund von prozess- wie auch gerätespezifischen Limitierungen auf. Die geometrischen Abweichungen einzelner Säulen liegen für die Säulenkopf- R und die Säulenrumpfradien r im Bereich von ± 2 bis 3 Nanometer und für die Säulenhöhe h im Bereich von ± 50 Nanometer, wobei die Säulenhöhe der äußeren drei Säulenreihen eines Säulenfeldes aufgrund der höheren Ätzwirkung durchaus größere Abweichungen von einigen 100 Nanometern aufweisen können. Nähere Erläuterungen befinden sich in der Arbeit [40].

Mit Hilfe des analytischen Zusammenhangs zwischen Geometrie und Eigenfrequenz aus der Formel 2.35 kann die Eigenfrequenzvariation aufgrund der geometrischen Abweichungen der nominell identischen Säulen bestimmt werden. Die hier vorgestellten Säulengitter (Beugungsgitter) haben eine typische Säulengeometrie von $R = 500$ nm, $r = 280$ nm und $h = 10$ μ m. Unter Berücksichtigung der geometrischen Abweichungen ergibt sich eine Säuleneigenfrequenz von 1.760 ± 0.003 MHz.

Die experimentelle Bestimmung der tatsächlichen Eigenfrequenzverteilung der ein-

zelenen Säulen im Säulenfeld eines beispielsweise 80 x 80 großen Säulenfeldes würde mittels der Reflexionsdetektionsmethode (siehe Unterkapitel 2.2.2) mehrere Wochen reine Messzeit beanspruchen.

Ein alternativer Ansatz wurde bereits am Anfang des letzten Jahrhunderts mittels Röntgen- bzw. Neutronenstreuexperimenten aufgezeigt. Dieser erlaubt die gleichzeitige Untersuchung vieler Atome eines Kristalls. Mit diesen Experimenten wurde neben der Strukturanalyse des Kristalls auch die thermische Bewegung der Atome analysiert. Das Debye-Waller-Modell [33] beschreibt die Abhängigkeit der Braggreflexintensität von der Atomauslenkung aus ihrer Ruhelage. Dabei wird angenommen, dass sich jedes Atom unabhängig von den nächsten Nachbarn um seine Gleichgewichtslage bewegt und sein Streuquerschnitt erhalten bleibt. Es ergibt sich folgende Abhängigkeit der Braggintensität I

$$I = I_0 \exp(-1/3 \langle u^2 \rangle G^2), \quad (3.8)$$

wobei I_0 die Streuintensität eines starren (Atom)-Gitters, G der reziproke Gittervektor und $\langle u^2 \rangle$ die mittlere quadratische Verrückung der Atome ist. Der Antriebsmechanismus ist das thermische Rauschen, welches hier als weißes Rauschen angenommen werden kann. Somit gibt die Braggintensität direkt Aufschluss über die mittlere Auslenkung der Gitterpositionen. Dieser Zusammenhang wird im folgenden Abschnitt für resonant getriebene Säulenfelder ausgenutzt.

3.5.1 Frequenz- und Amplitudenabhängigkeit der Braggreflexintensität

Im Gegensatz zu den Debye-Waller-Experimenten besteht das Gitter nicht aus Atomen sondern aus GaAs-Säulen. Im Unterkapitel 3.4.2 wird gezeigt, dass sich die GaAs-Säulen sich als reflektierende Kreisscheiben beschreiben lassen und sich das Beugungsbild analog zu den Streuexperimenten am Atomgitter ergibt. Ein weiterer Unterschied ist, dass alle Atome breitbandig anregen werden, wohingegen die resonante Anregung mittels Scherpiezo schmalbandig erfolgt. Außerdem ist die Annahme von unabhängigen Resonatoren, wie sie im Debye-Waller-Modell angenommen ist, zu überprüfen.

Im Folgenden wird die Braggintensität I des Säulengitters in Abhängigkeit von der Piezotreibfrequenz mittels einer CCD-Kamera gemessen. Alle experimentellen Messungen an resonant getriebenen Säulenfeldern wurden bei Normaldruck durchgeführt und im weiteren Verlauf dieses Unterkapitels nur phänomenologisch untersucht und beschrieben. Den exakten Ursprung des Messsignals wird erst im Unterkapitel 3.6 mittels einer weiteren Detektion erarbeitet.

In Abbildung 3.9 (links) wird die normierten Intensitätsverläufe I/I_0 des Braggreflexes eines 80 x 80 großen Säulenfeldes mit nominell identischen GaAs-Säulengeometrien in Abhängigkeit der Piezotreibfrequenz bei einer festen Treibeistung dargestellt.

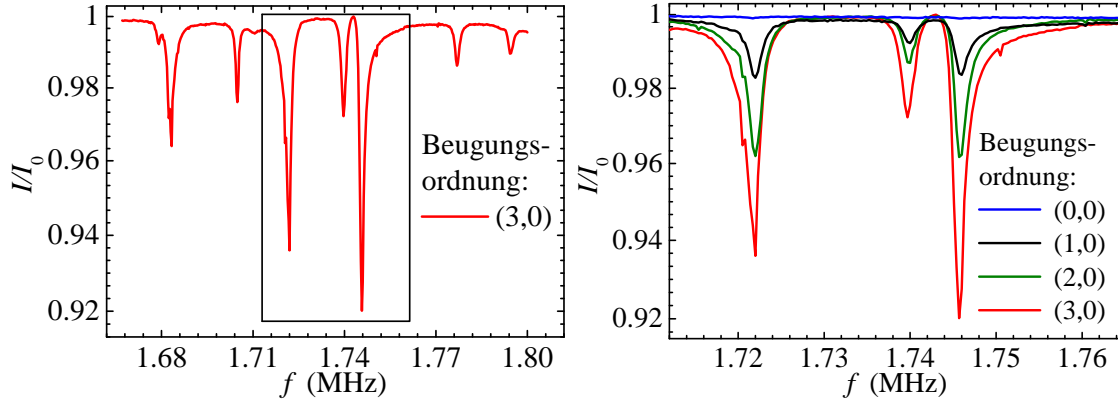


Abbildung 3.9: Normierte Intensitätsverteilung I/I_0 eines quadratischen 80×80 großen Säulengeldes in Abhängigkeit von der Antriebsfrequenz bei einer festen Treibeistung von 36 dBm für: (links) die Beugungsordnungen (3,0) mit allen messbaren Minima und (rechts) der Ausschnitt des schwarzen Rechtecks aus der linken Abbildung für verschiedene Beugungsordnungen.

Die Intensität I_0 ist die des “starren“ Gitters ohne externen Antrieb. Es sind mehrere frequenzabhängige Intensitätseinbrüche mit jeweils unterschiedlicher starken Intensitätseinbrüchen (Minima) erkennbar. Innerhalb des gemessenen Frequenzintervalls von 500 kHz bis 5 MHz treten keine weiteren Minima auf. Im Anhang A.3 wird erläutert, dass das Beugungsbild des Säulengitters invariant gegenüber einer Translation des Gitters ist (Ursprungsverschiebung). Dies ist gleichbedeutend mit der Treibeamplitude des Scherpiezo, welche sich unterhalb der Probe befindet. Folglich ist das Beugungsbild und damit auch die Braggreflexeintensität unabhängig von der Antriebsamplitude, welche typischerweise im Subnanometerbereich liegt. Intensitätseinbrüche der Braggreflexe treten aufgrund von Störungen der Periodizität auf, wie sie beispielsweise durch Säulenschwingungen versucht werden können.

In Abbildung 3.9 (rechts) sind die Intensitätsverläufe I/I_0 exemplarisch für drei verschiedene Minima verschiedener Beugungsordnungen dargestellt. Dabei ist zu erkennen, dass die Intensität der nullten Beugungsordnung unabhängig von der Treibefrequenz ist. Höhere Beugungsordnungen zeigen frequenzabhängige Intensitätseinbrüche. Dabei weisen höhere Ordnungen, ähnlich wie in den Debye-Waller-Experimenten, auch einen stärkeren Intensitätseinbruch auf, was einer höheren Detektionssensitivität entspricht.

Neben der Variation der Treibefrequenz wird in Abbildung 3.10 (links) zusätzlich die Treibeistung U_{piezo} variiert. In Abbildung 3.10 rechts wird die normierte Braggintensität bei fester Treibefrequenz f_1 dargestellt. Die Messdaten zeigen eine gute Übereinstimmung mit dem exponentiellen Verlauf, wie er auch in der Debye-Waller-Formel 3.8 beschrieben wird.

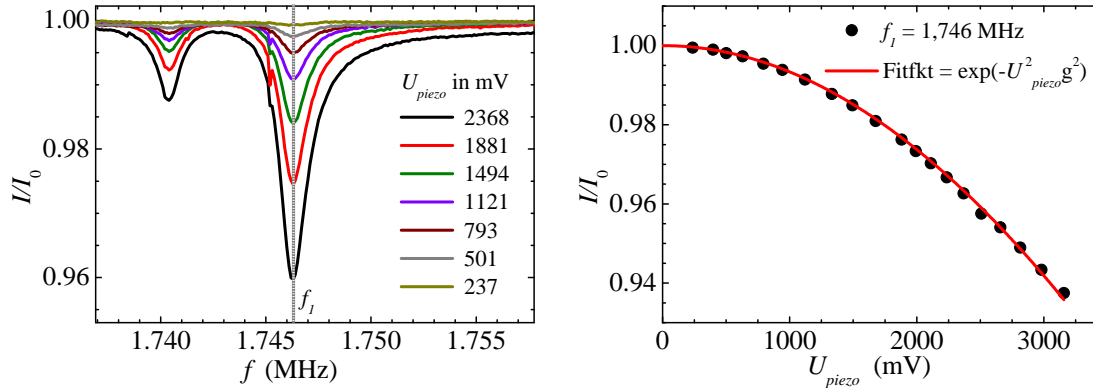


Abbildung 3.10: Links ist in Abhängigkeit der Treibeleistung U_{piezo} die normierte Braggintensität I/I_0 und rechts die Amplitude des Minimums bei der Frequenz f_1 dargestellt. Die Fitfunktion, welche der Debye-Waller Theorie gleicht, zeigt eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Messdaten, wobei ein g ein freier Fitparameter ist.

3.6 Optische Mikroskopabbildung dynamischer Säulengitter

Nachdem die Analyse von resonant getriebenen Säulenfeldern im Fourierraum beschrieben im Unterkapitel 3.5.1 wurde, wird in diesem Unterkapitel die direkte Abbildung der Säulenfelder mit Hilfe eines optischen Mikroskops untersucht, um ein tieferes Verständnis für die frequenzabhängige Braggintensität zu erhalten.

Dazu werden die Säulen im optischen Mikroskop bei Normaldruck in Draufsicht abgebildet. In Abbildung 3.11 links ist ein Säulenfeld bestehend aus 20×20 einzelnen Säulen (mit ein paar Störstellen) in der Draufsicht abgebildet. Die geometrischen Abmessungen der Säulen sind: $R = 500$ nm, $h = 10$ μm und $r = 280$ nm und der Gitterpunkt Abstand p beträgt 3 μm .

In der Abbildung 3.11 links wird bei einer Frequenz von $f_1 = 1.5$ MHz und rechts bei $f_2 = 1.52$ MHz getrieben. Dabei sind die einzelnen Säulenköpfe eindeutig identifizierbar und im Fall einer Oszillation ($f = 1.52$ MHz) sind die Einhüllenden der Schwingungen gut erkennbar. Bevorzugt schwingen benachbarte Säulen bei einer festen Frequenz (lokalisierte Moden). Es treten Schwingungsamplituden verschiedener Größen und Orientierungen (bezüglich der Gitterachsen) auf. Zur weiteren Verdeutlichung befindet sich im Anhang A.2 ein weiteres Beispiel eines resonant getriebenen 40×40 großen Säulengitters.

Um den Nachweis zu liefern, dass es sich bei der Beugungsdetektion gefunden der Braggreflexe (siehe Unterkapitel 3.5) um resonante Schwingungen der Säulen handelt, Intensitätseinbrüche ist eine Auswertung der Mikroskopaufnahmen notwendig. Um die Mikroskopaufnahmen zu analysieren, müssen einige bildverarbeitende

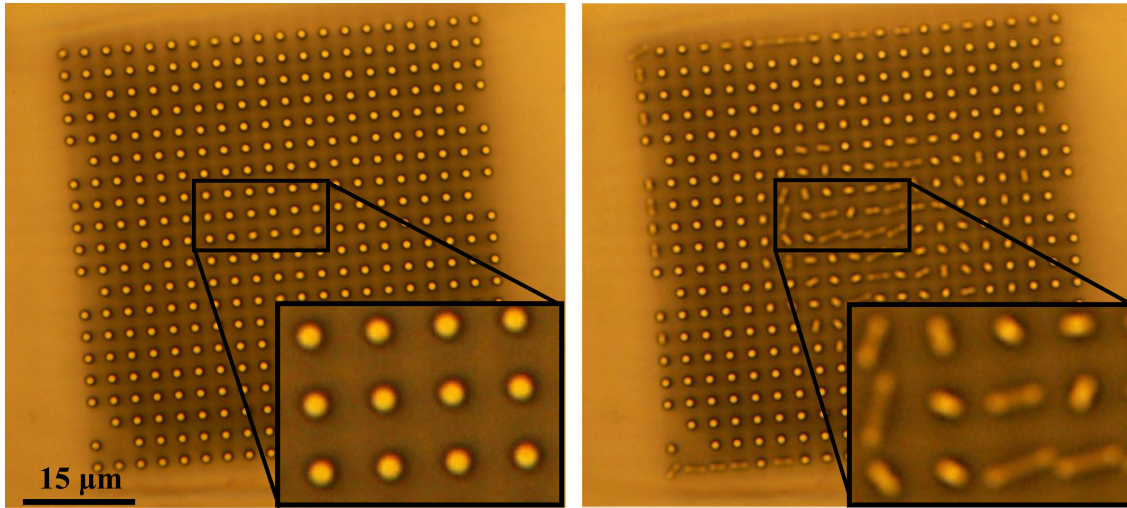


Abbildung 3.11: Optische Mikroskopaufnahme eines quadratisch angeordneten Säulenfeldes mit 20 x 20 Säulen. In beiden Fällen wird mit einer Treibleistung von 36 dBm getrieben, wobei links bei der Treibefrequenz $f_1 = 1.5$ MHz und rechts bei $f_2 = 1.52$ MHz.

Schritte ausgeführt werden. Dies geschieht mit Hilfe von *Adobe Photoshop CS4* und einem Auswerteprogramm *Cell Evaluator* [96], welches in Zusammenarbeit mit Simon Youssef (Lehrstuhl Rädler an der LMU München) entstanden ist.

In Abbildung 3.12 werden die einzelnen Schritte der Bildverarbeitung aufgezeigt. Aufgrund einer besseren Übersicht wird anhand eines 7 x 6 großen Ausschnittes eines 60 x 60 großen Säulenfeldes eine Schwingungsmoden des resonant getriebenen Feldes bei $f_0 = 1.521$ MHz vergrößert dargestellt. Die Schritte 2 bis 4 werden mit dem *Adobe Photoshop CS4*-Programm ausgeführt. Dabei handelt es sich im Schritt 2 um die Funktion „Kanten betonen“, welche eine Verstärkung der Kanten (hoher Gradient) im Bild liefert. Dadurch wird der Übergang von Säulenkopfrand zu Substratboden deutlicher. Im Schritt 3 wird in den „Graustufenmodus“ konvertiert, sowie die „Helligkeit“ und der „Kontrast“ angepasst. Im nächsten Schritt wird der „Schwellenwert“ festgelegt. Somit werden alle Pixel, die heller als der Schwellenwert sind, zu Weiß und alle anderen Pixel zu Schwarz konvertiert. Anschließend wird das Bild 4 mit *ImageJ* geöffnet, in welchem das erwähnte *Cell Evaluator*-Programm eingebunden ist. Mit diesem werden zusammenhängende weiße Bereiche erkannt und farblich markiert (Bild 5). Ein vergrößerter Ausschnitt ist in Bild 6 dargestellt. Von jeder Säule werden die maximalen Pixel in x- wie in y-Richtung erkannt und so die Ausdehnung der Einhüllenden der Säulenschwingung analysiert. Aus den Seitenlängen der Rechteckes (maximale Pixelabstand, siehe Bild 6), kann mittels der Seitenlängen der resonant angeregten a_x , a_y und der nicht schwingenden Säule a_{x0} , a_{y0} auf die Schwingungsamplitude d geschlossen werden.

Somit besteht die Möglichkeit, viele Säulen pro Bildaufnahme zu analysieren. Wird

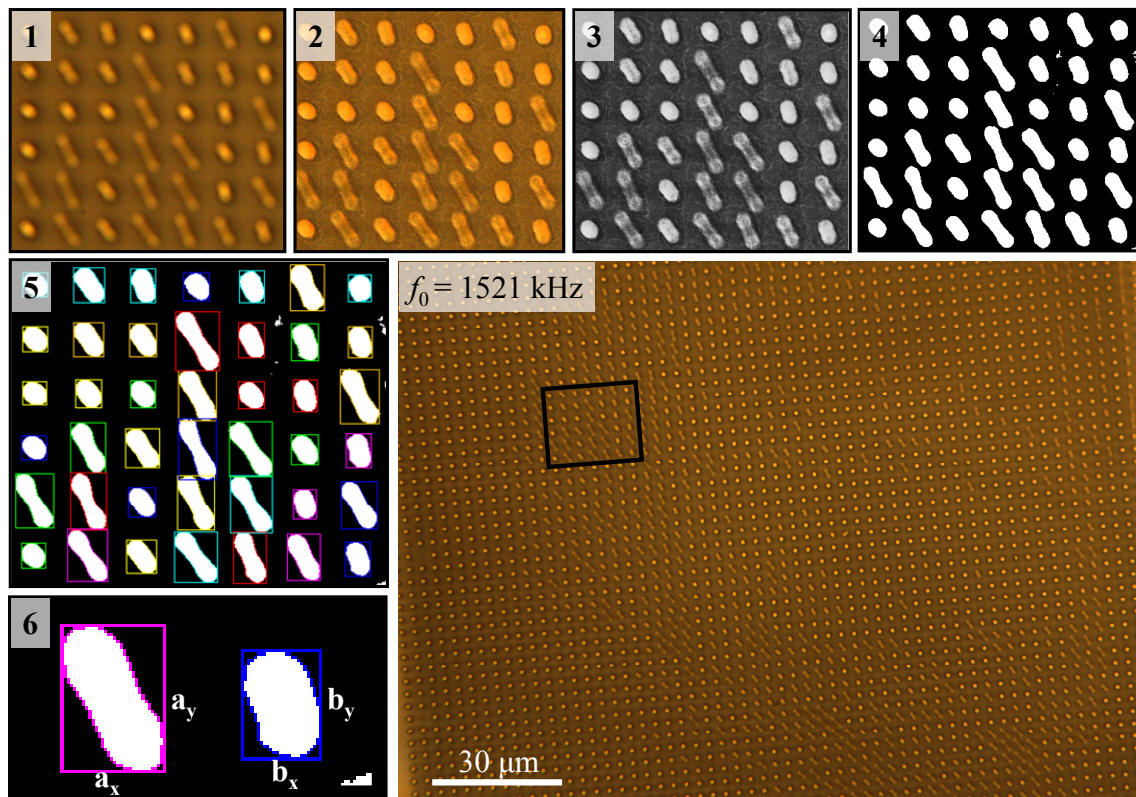


Abbildung 3.12: Bildverarbeitungsschritte zur Analyse der Schwingungsamplituden der Säulen. Die einzelnen Schritte werden anhand eines Ausschnittes eines 60×60 großen Säulenfeldes dargestellt. Die geometrischen Abmessungen der Säulen sind: $R = 500 \text{ nm}$, $h = 10 \text{ } \mu\text{m}$ und $r = 280 \text{ nm}$ und der periodische Säulenabstand $p = 3 \text{ } \mu\text{m}$

nun die Treibfrequenz variiert, dann wird pro Frequenzschritt (in diesem Fall 1 kHz-Schritt) ein Bild mit dem Mikroskop aufgenommen. Anschließend kann die Schwingungsamplitude der einzelnen Säulen ausgewertet werden. In Abbildung 3.13 ist dies exemplarisch für eine Säule dargestellt. Bei der hier gewählten Vergrößerung des optischen Mikroskops (1000-fach) entspricht ein Pixel 55 nm. Eine Seitenlänge des Rechtecks kann mit einer Genauigkeit von ca. einem Pixel bestimmt werden. Folglich kann die Amplitude mit einer Genauigkeit von ca. 25 nm bestimmt werden kann.

Um die Beugungsdetektionsmessung mit der optischen Mikroskopdetektion zu ver-

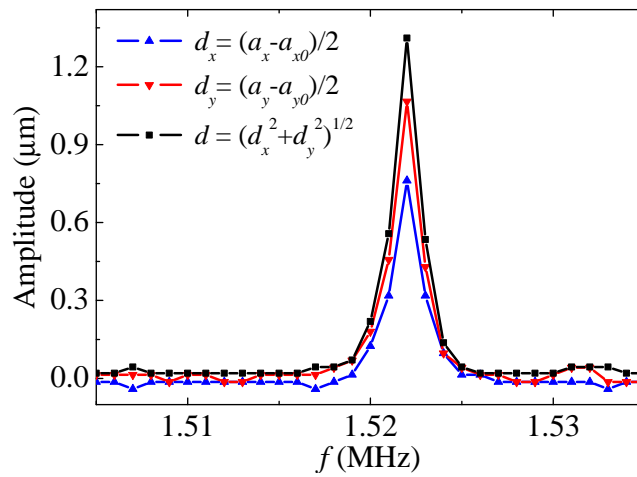


Abbildung 3.13: Schwingungsamplitude einer Säule in x- bzw. y-Richtung sowie deren Betrag mittels optischer Mikroskopaufnahme

gleichen, werden möglichst viele Säulen pro Frequenzschritt ausgewertet. Aufgrund des beschränkten Abbildungsvermögens bei 1000-facher Vergrößerung sowie der beschränkten Computerkapazitäten konnten 32 x 37 Säulen aus dem Zentrum des 60 x 60 großen Säulenfeldes pro Bildaufnahme mittels der beschriebenen Computerprogrammanalyse ausgewertet. In Abbildung 3.14 links ist die Summe aller einzelnen Säulen zu einer Gesamtamplitude addiert. In Abhängigkeit der Treibfrequenz treten mehrere Maxima mit unterschiedlicher Gesamtamplitude auf. Die maximal erreichte Gesamtamplitude beträgt 180 μm . In Abbildung 3.14 rechts sind die frequenzabhängigen Signalstärken der Beugungsdetektion desselben Säulenfeldes wie auch die Signalstärken der optischen Mikroskopabbildungsdetektion (kurz: Mikroskopdetektion) auf 1 normiert und in einer Abbildung dargestellt. Um den Vergleich der beiden Kurvenverläufe zu vereinfachen, wurde das Signal der Beugungsdetektion invertiert.

Wie in der Abbildung 3.14 rechts zu erkennen ist, treten bei optischen Mikroskopabbildungsdetektion weniger Maxima und mit unterschiedlicher Signalstärke als bei der Beugungsdetektion auf. Dies ist durch die limitierte Auswertung der 32 x 37 Säulen des 60 x 60 großen Säulenfeldes bedingt. Jedoch sind die meisten Maxi-

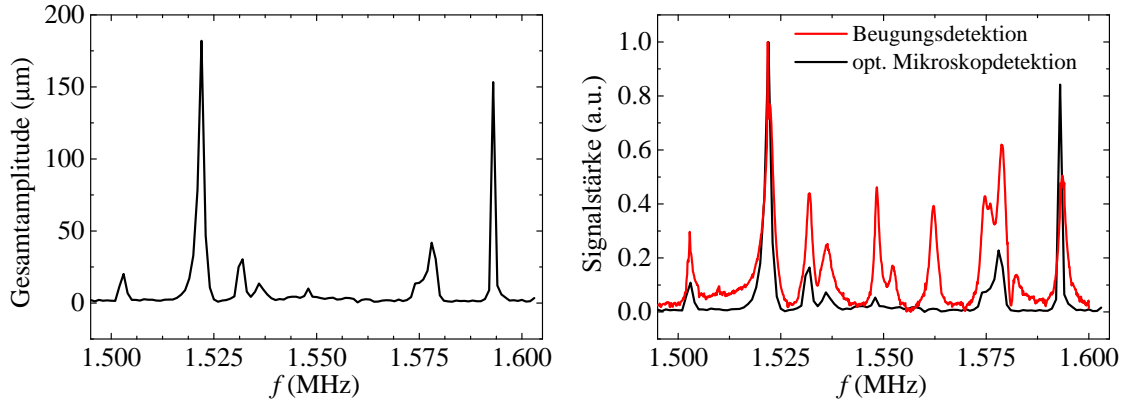


Abbildung 3.14: Links ist in Abhängigkeit der Treibfrequenz f die Gesamtamplitude von 32×37 Säulen eines 60×60 großen Säulenfeldes und rechts der Vergleich der normalisierten Signalstärke der optischen Mikroskopdetektion und der Beugungsdetektion dargestellt.

ma beider Detektionsmethoden bei gleicher Treibfrequenz und mit vergleichbaren Halbwertsbreiten zu finden. Das bedeutet, dass die Intensitätseinbrüche der Beugungsdetektion aufgrund der mechanischen Moden des Feldes auftreten und somit beiden Detektionsmethoden die Untersuchung dieser Moden ermöglichen.

Die Halbwertsbreiten der Minima liegen im Bereich von $\Delta\omega = 1\text{--}3$ kHz. Wie bereits erwähnt, finden diese Experimente bei Normaldruck statt, wobei die Halbwertsbreiten einzelner GaAs-Säulen bei Normaldruck aus Unterkapitel 2.5.4 bekannt sind. Bei den hier verwendeten Geometrien werden bei einzelnen GaAs-Säulen minimale Halbwertsbreite $\Delta\omega$ von 34 kHz erreicht. Diese wesentlich schmäleren Minima lassen sich bei allen verwendeten Säulenfelder beobachten, wobei die Säulenfeldgröße von 20×20 , 40×40 , 60×60 bis 80×80 variiert wurde.

Schmälere Minima eines harmonischen Resonators sind gleichbedeutend mit einer größeren Güte. Ähnliche Beobachtungen einer höheren Güte in einem eindimensionalen Gitter von Resonatoren konnte aufgrund der Kopplung zwischen den Resonatoren unterschiedlicher Güten erklärt werden [95]. Jedoch werden keine höheren Güten erzielt als die höchste eines einzelnen Resonators. Andere Veröffentlichungen von gekoppelten mechanischen Resonatoren berichten von keinem Effekt bezüglich der mechanischen Güte oder der Halbwertsbreite [27] - [29].

Eine mögliche Ursache der schmalenbandigen Minima könnten darin liegen, dass die Säulen in einem Gitter bei der Oszillation für eine geringere Gasdämpfung des nächsten Nachbarn sorgen, falls sich die säulenumgebende Luftsäule mitbewegt. Außerdem wird die Dämpfung einer einzelnen GaAs-Säule bei Normaldruck durch die Gasdämpfung dominiert (siehe Unterkapitel 2.5.4). Diese Vermutung gilt es zu überprüfen.

Ein weiteres Indiz für Kopplung zwischen den Säulen ist die spektrale Verteilung der einzelnen Minima. Dabei erstrecken sich die Minima eines Säulenfeldes über mehre-

re 100 kHz. Dies lässt sich nicht durch die fabrikationsbedingte Geometrieviation erklären. Dieses Phänomen eine typische Eigenschaft von gekoppelten Resonatoren. Aufgrund von Kopplung entsteht ein breiteres Frequenzspektrum der Eigenmoden. So sind bereits die Eigenfrequenzen der Schwingungsmoden zweier identischer Resonatoren, welche über eine Feder mit der Kopplungsstärke κ gekoppelt sind, ω_0 und $\omega_1 = \omega_0 \cdot \sqrt{1 + 2\kappa/\omega_0^2}$, wobei ω_0 die Eigenfrequenz eines einzelnen Resonators und der gekoppelten Mode ist. Mit der Anzahl von gekoppelten Resonatoren wird dieses Spektrum komplizierter und hängt stark von Kopplungsstärke ab. Die experimentelle Verifizierung des Ursprungs der Kopplung sowie die kleinen Halbwertsbreiten werden in Folgeprojekten weiter untersucht. Zwei offensichtliche Faktoren, wie die der Umgebungsdruckkopplung und/oder der Kopplung über das Substrat können experimentell verifiziert werden, indem sowohl der Abstand nächster Säulennachbarn sowie der Umgebungsdruck variiert wird.

Die wichtigsten Erkenntnisse zu der gleichzeitigen Detektion einer großen Anzahl von nominell identischen Nano- bzw. Mikroresonatoren, welche periodisch angeordnet sind und bei Normaldruck resonant getrieben werden, werden im folgenden Absatz zusammengefasst. Dabei wurden zwei unterschiedliche Detektionsmethoden vorgestellt:

- Die optische Mikroskopabbildung der Säulenschwingungen zeichnet sich dadurch aus, dass sie die direkte Abbildung der Schwingungsamplituden ermöglicht. Mittels der beschriebenen Programmanalyse werden die Schwingungsamplituden mit einer Genauigkeit von 25 nm bestimmt, wodurch die Absolutamplitude und die örtliche Verteilung der Säulenschwingungen bestimmt werden. Es wurde festgestellt, dass bevorzugt nächste Nachbarn bei der gleichen Treibfrequenz schwingen. Diese lokalisierten Moden besitzen eine schmalere Halbwertsbreite als die Halbwertsbreite der einzelnen Säulen bei Umgebungsdruck. Nachteil dieser Detektion ist die zeit- und rechenintensive Datenauswertung sowie eine Limitierung der Säulenfeldgröße aufgrund des endlichen Abbildungsvermögens des optischen Mikroskops.
- Die Beugungsdetektion hingegen analysiert den Fourierraum. Sie ist praktisch unbeschränkt in der Anzahl der zu untersuchenden Säulen (lediglich durch den Laserdurchmesser). Jedoch können weder lokalisierte Moden identifiziert noch absolute Amplituden gemessen werden. Es wurde gezeigt, dass sowohl der Einbruch der Braggintensität wie auch die schmalen Halbwertsbreiten der Braggintensitätsminima durch die lokalisiert auftretenden Schwingungsmoden des Säulenfeldes verursacht werden. Des Weiteren ist der experimentelle Aufbau kostengünstig und die amplitudensensitive Detektion benötigt weder schnelle Detektionselektronik noch eine rechenintensive Datenauswertung.

Kapitel 4

Säulenfeld als Kraftsensor für lebende Zellen

Die Idee der in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse entstand während meiner Diplomarbeit in einer Diskussion mit Herrn Prof. Dr. Joachim Rädler. Dabei ging es um die Erschließung einer neuen Untersuchungsmethode an lebenden Zellen durch die Kombination aus präziser Festkörpernanotechnologie und der schwer kontrollierbaren Zellphysik. Basierend auf den von mir und weiteren Mitarbeitern des Lehrstuhls Rädler durchgeführten Zellkraftexperimenten während meiner Doktorarbeit entstand eine Kollaboration mit der Gruppe von Frau Dr. Doris Heinrich des Lehrstuhls Rädler. Im Rahmen dieser Zusammenarbeit wurde Felix Keber als Diplomand von mir betreut. In seiner Diplomarbeit mit dem Titel „Force Field Mapping of Cellular Migration on a Nanopillar Array“ [98] werden der experimentelle Aufbau und die Experimente detailliert erklärt. Aus diesem Grund werden in diesem Abschnitt die wesentlichen Resultate der Zellkraftexperimente zusammengefasst.

Die Grundlagen für die Realisierung eines Zellkraftsensors mit invertiert konischen GaAs-Säulen wurden mit der Bestimmung der Federhärten im Unterkapitel 2.6.6 gelegt. Um, wie in der Einleitung 3.1 beschrieben, keine Einzelpunkt-Kraftmessung vorzunehmen, werden Säulenfelder mit einer hoher Integrationsdichte verwendet, so dass die ausgeübte Kraft an mehreren Zellpositionen gemessen werden kann. Aus diesem Grund ist eine Detektionsmethode notwendig, welche die gleichzeitige Messung vieler Säulen gewährleistet.

Im Folgenden soll der Kraftübertrag einer migrierenden Zelle auf mehrere GaAs-Säulen untersucht werden. Um neben der rein mechanischen Charakterisierung der GaAs-Säulen auch interne Zellprozesse sowie Zellbewegungen zu analysieren, wird im Folgenden eine Detektionsmethode vorgestellt, die diesen Anforderungen genügt. Wie bereits in der Einleitung des Kapitels 3.1 motiviert wurde, kann die Kraftausübung von Zellen bei vielen biologischen Prozessen eine Schlüsselrolle spielen. Da-

her sind zellinduzierte Kräfte von grundlegendem wissenschaftlichen Interesse und können wichtige Indikatoren bei der Entwicklung neuer biochemischer und pharmazeutischer Tests und Therapien sein.

Eine wichtige Grundvoraussetzung ist die Biokompatibilität zwischen den GaAs-Oberflächen und den lebenden Zellen. Dabei wurde gezeigt, dass GaAs-Oberflächen auf bestimmte Zelltypen toxisch wirken [97]. In der vorliegenden Dissertation werden *Dictyostelium discoideum*-Zellen verwendet. Sie gehören zur Klasse der Schleimpilze. Die Biokompatibilität zwischen den GaAs-Oberflächen und den *D. discoideum*-Zellen ist ausgesprochen hoch. So zeigten die *D. discoideum*-Zellen, welche auf GaAs-Oberflächen kultiviert wurden, selbst nach vielen Tagen weder in deren Kulturwachstum noch in deren Beweglichkeit ein abnormales Verhalten. In Zukunft kann durch Passivierung der GaAs-Oberfläche die Biokompatibilität zusätzlich erhöht werden.

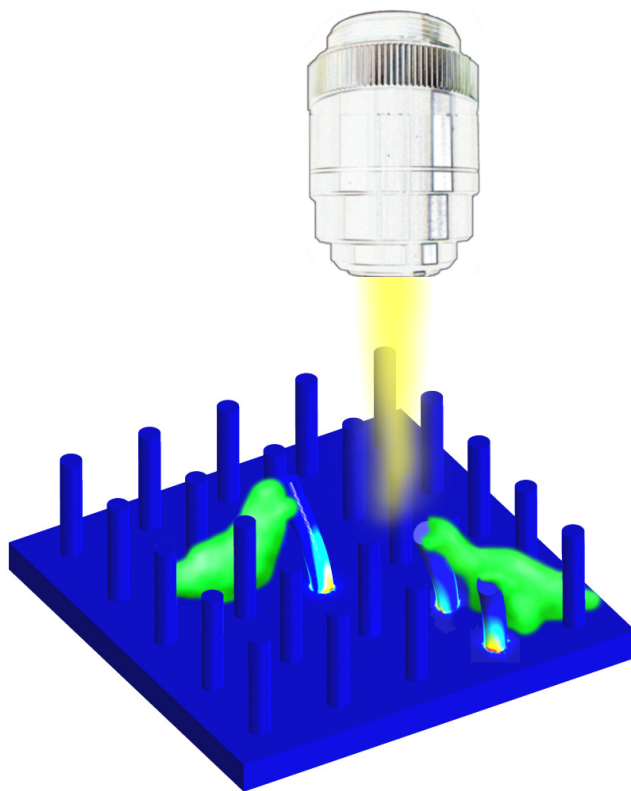


Abbildung 4.1: Skizze der Detektion von Zellen und Säulenverbiegungen mittels eines optischen Fluoreszenzmikroskops

Wie bereits erwähnt, soll sowohl der Kraftübertrag einer Zelle auf die elastischen Säulen wie auch die Zellbewegung bestimmt werden. Dazu werden fluoreszenzmarkierte Zellen verwendet, welche in einem Fluoreszenzmikroskop analysiert werden. Um neben der Zellbewegung auch die Säulenauslenkung zu untersuchen, wurde

das Fluoreszenzmikroskop durch eine dichroitische Strahlteiler („DualView imaging system“)-Vorrichtung [99] erweitert. Der komplette optische Aufbau mit der Probenhalterung ist in der Arbeit von Felix Keber [98] beschrieben. In Abbildung 4.1 ist ein schematischer Aufbau sowie die Funktionsweise der Zellkraftmessung dargestellt. Die blauen Strukturen stellen die GaAs-Säulen und die grünen zwei Zellen dar, welche mögliche Säulenverbiegungen verursachen.

Durch die „DualView“-Erweiterung ist es möglich, zwei getrennte Mikroskopaufnahmen gleichzeitig zu erzeugen. Die erste ist bei der reflektierten Anregungswellenlänge ($\lambda = 488 \text{ nm}$) gemessen (siehe Abbildung 4.2 links). Dadurch sind die Säulenkopffpositionen erkennbar. Die zweite Mikroskopaufnahme zeigt das Fluoreszenzlicht der grün fluoreszierenden Zelle bei der Wellenlänge $\lambda = 530 \text{ nm}$ (siehe Abbildung 4.2 Mitte). In Abbildung 4.2 rechts werden die einzelnen Mikroskopbilder überlagert dargestellt. Somit wird die Position der Zelle im Säulenfeld erkenntlich.

Bei der optischen Mikroskopdetektion spielen die geometrischen Abmessungen auf-

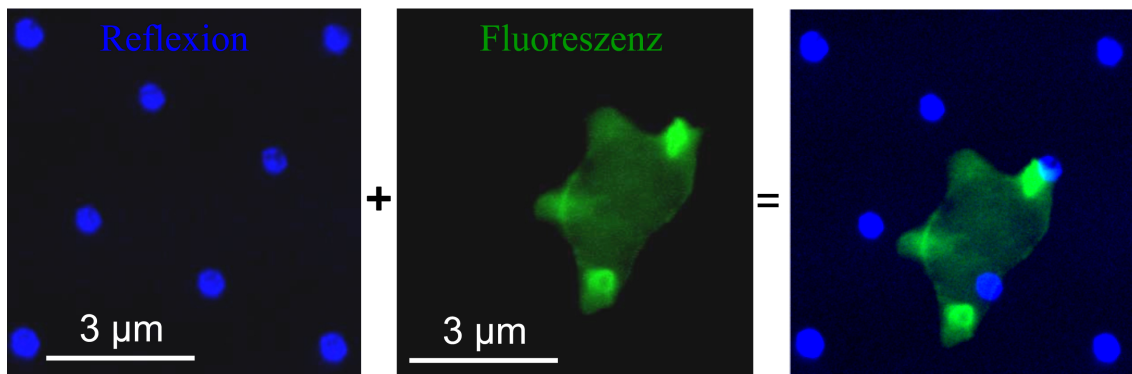


Abbildung 4.2: Falschfarben Mikroskopaufnahmen: Links sind die Säulenköpfe (blau), in der Mitte die Zelle (grün) und rechts die Überlagerung beider Bilder zu erkennen.

grund von Beugungsbegrenzungen eine wichtige Rolle, aus diesem Grund muss der Säulenkopfradius größer als 250 nm sein. Des Weiteren muss der Säulenrumpfradius möglichst klein sein (siehe Unterkapitel 2.6.6), damit die Federhärten klein genug sind, um möglichst kleine Kräfte (siehe Einleitung 3.1) zu detektieren. Dabei limitiert die Detektionssensitivität auf Säulenauslenkungen die Kraftauflösung. Durch eine geeignete Fitfunktion [98] des Säulenkopfes kann die Säulenposition mit einer Auflösung von 15 Nanometern ($0,2 \text{ Pixeln}$) bestimmt werden. Um Zellkräfte, welche beispielsweise am Säulenkopf angreifen, im Bereich von $1 \text{ bis } 100 \text{ pN}$ ¹ mit der erwähnten Auflösung zu detektieren, werden Federhärten im Bereich von $7 \cdot 10^{-5}$ bis $7 \cdot 10^{-3} \text{ N/m}$ benötigt.

¹Zellkräfte werden durch Polymerisation von Aktinmikrofilamenten, einem Zellbaustoff und -stabilisator, und durch Myosin-Motoren generiert, welche sich schrittweise wie eine lineare Ratsche entlang der bereits gebildeten Aktinmikrofilamente ausbreiten [100]. Bei jedem Schritt bewegt sich der Myosinkopf um ca. 5 nm entlang der Aktinfilamente und generiert eine Kraft von $3\text{-}4 \text{ pN}$ [101].

Der analytische Zusammenhang zwischen den geometrischen Abmessungen der Säulen und den daraus resultierenden Federhärten wurde im Unterkapitel 2.6.6 vorgestellt und die fabrizierten GaAs-Säulen erlauben es in den Bereich ultraweicher Federhärten von 10^{-5} N/m vorzustoßen. Um den Vorteil von invertiert konischen Säulen hervorzuheben, wird ein Vergleich zu nicht invertierten Säulen gezogen. Ausgehend vom kleinsten Säulenkopfradius $R = 250$ nm, der noch gut in Reflexion detektierbar ist, werden im Falle einer nichtkonischen Säule Säulenhöhen von 50 bis 200 μm benötigt, um Federhärten im Bereich von $7 \cdot 10^{-5}$ bis $7 \cdot 10^{-3}$ N/m zu erhalten. Im Falle der invertiert konischen Säulen reichen jedoch Säulenhöhen von 7 μm bei einer Unterkehligkeit $\varphi = 2$ Grad vollständig aus. Neben der Tatsache, dass 200 μm lange Säulen außerhalb der Fabrikationsmöglichkeiten liegen, kann eine beispielsweise auf dem Substrat und zwischen den Säulen migrierende *D. discoideum*-Zelle keinen Kraftübertrag am Säulenkopf ausüben, da ihr Zelldurchmesser typischerweise im Bereich von 5 bis 10 μm liegt.

4.0.1 Zellinduzierte Säulenauslenkung

Um zellinduzierte Säulenauslenkungen zu detektieren, werden *D. discoideum*-Zellen auf einem hexagonalen Säulengitter platziert, wobei die geometrischen Abmessungen der einzelnen Säulen so gewählt sind, dass die Federhärten im zuvor erwähnten Bereich liegen. Bei den verwendeten Geometrien mit einer Säulenhöhe $h = 8.8$ μm , einem Säulenkopfradius $R = 300$ nm und einem Säulenrumpfradius $r = 40$ nm beträgt die Federhärte $3 \cdot 10^{-3}$ N/m. Der Herstellungsprozess des Gitters erlaubt aufgrund der Elektronenstrahlolithografie eine Positioniergenauigkeit der einzelnen Säulen von wenigen Nanometern. Somit besitzt das hier verwendete Säulenfeld einen wohl definierten Gitterpunkt Abstand von $p = 5$ μm . Eine REM-Aufnahme dieses Feldes ist in Abbildung 3.1 d)) ersichtlich. In Abbildung 4.3 wird eine Zelle im Säulenfeld zu unterschiedlichen Zeitpunkten mit einem optischen Fluoreszenzmikroskop aufgenommen. Der zeitliche Abstand zwischen zwei Aufnahmen beträgt 1.2 s. Besonders auffällig ist die extrem große Säulenauslenkung von ca. 4.5 μm zum Zeitpunkt $t = 20$ (siehe Abbildung 4.3 weißer Pfeil). Zu einem späteren Zeitpunkt $t = 52$ hat die *D. discoideum*-Zelle die Säule wieder losgelassen und die Säule befindet sich wieder in ihrer Ruheposition.

Eine detaillierte Auslenkungsanalyse der Säulen in der Umgebung der Zelle wird mit einem Auswerteprogramm von Felix Keber [98] vorgenommen, welche die Differenz zwischen den ungestörten und ausgelenkten Säulenpositionen bestimmt. Dabei wird anhand der nicht im Zell-Säulen-Kontakt stehenden Säulen ein theoretisches hexagonales Gitter errechnet (schwarze Punkte in Abbildung 4.4), um alle Ruhepositionen der einzelnen Säulen zu bestimmen. In Abbildung 4.4 sind die detaillierten Zeitverläufe der Säulenpositionen farbkodiert und fünffach verstärkt dargestellt. Dabei entspricht die große Auslenkung der Säule in Abbildung 4.4 oben rechts im Zeitfenster $t = 0$ bis 50 der bereits erwähnten großen Auslenkung aus Abbildung 4.3.

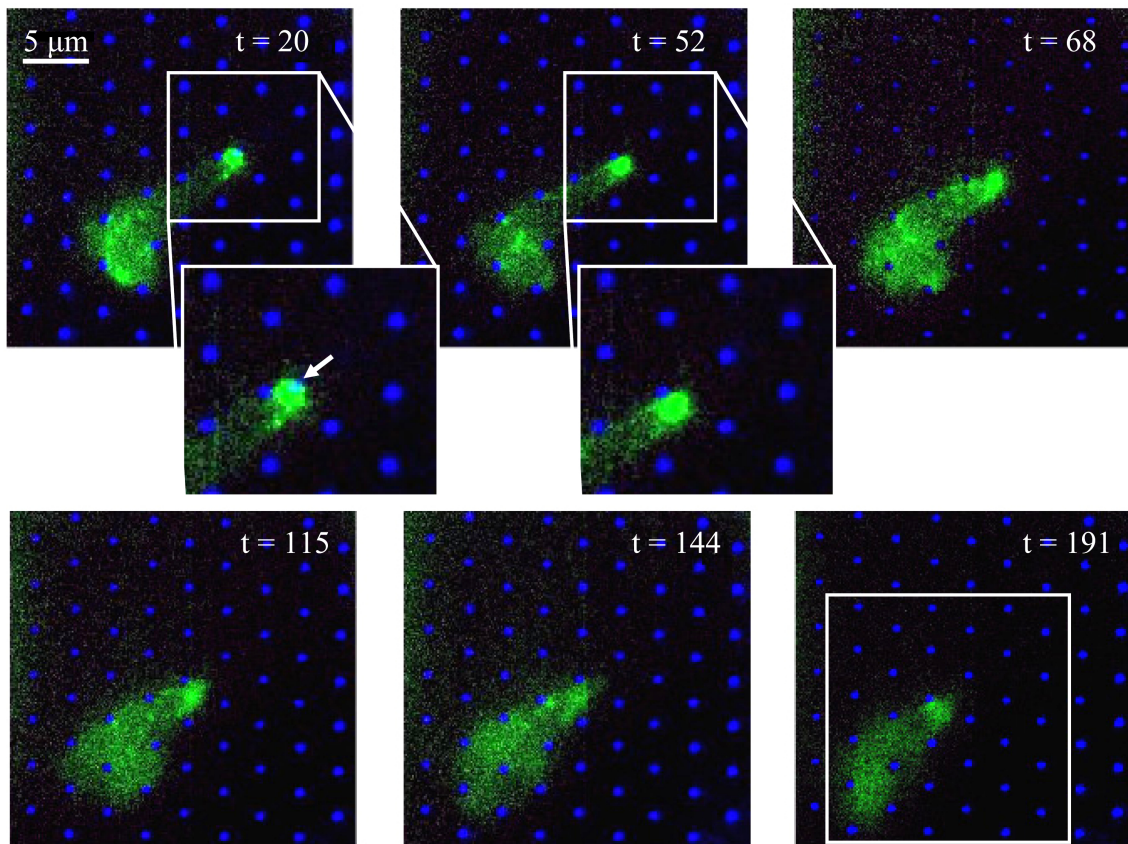


Abbildung 4.3: Optische Mikroskopaufnahmen mit blau eingefärbten Säulenköpfen und grün eingefärbter Zelle zu verschiedenen Zeitschritten, wobei eine Zeitschritt-einheit ($t = 1$) 1.2 Sekunden entspricht.

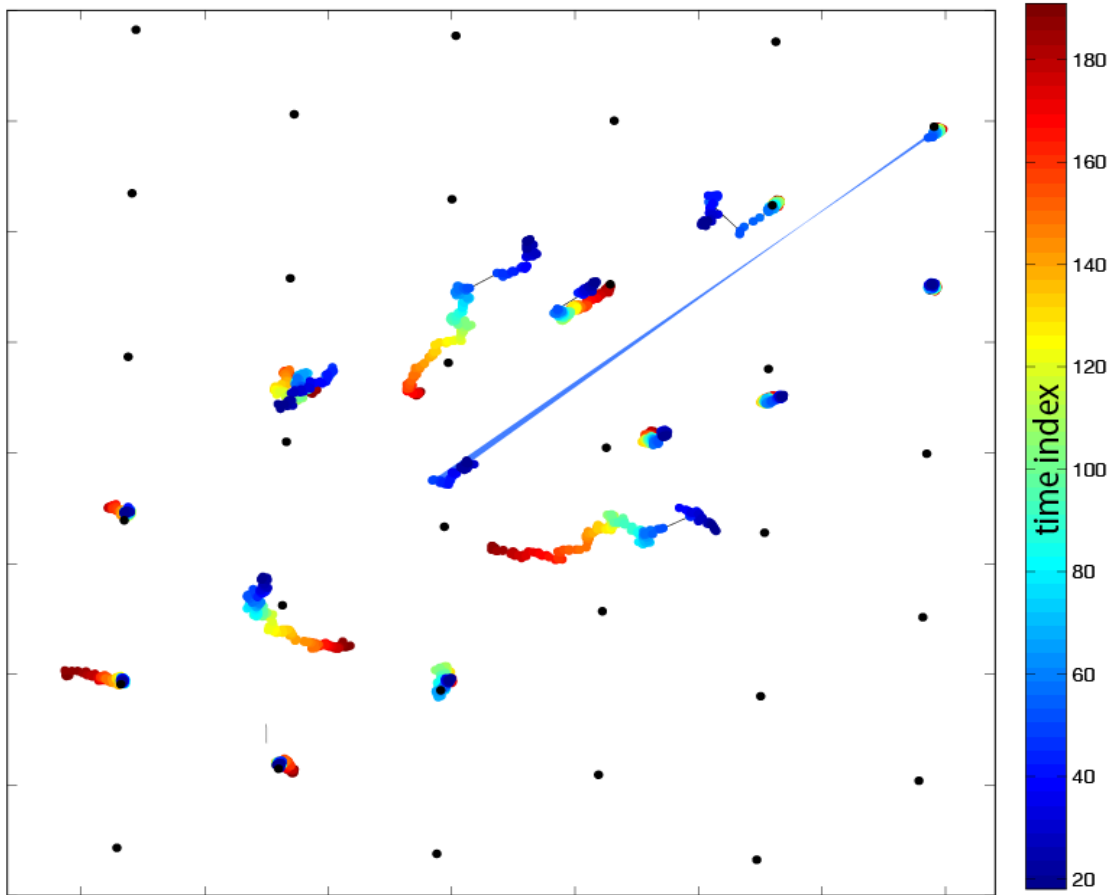


Abbildung 4.4: Darstellung des theoretischen Gitters (schwarze Punkte) und dem fünffach verstärkten, farbkodierten zeitlichen Säulenpositionsverlauf, der im direkten Zellkontakt stehenden Säulen. Dabei wurden alle Säulen der Abbildung 4.3 analysiert, welche sich im weißen Rechteck bei $t = 191$ befinden. [98]

Somit ist gezeigt, dass die *D. discoideum*-Zelle mit den GaAs-Säulen wechselwirkt und Kräfte ausübt, die zu einer Säulenauslenkung führen. Da der Angriffspunkt der Zellkraft mit dieser Art der Mikroskopdetektion nicht eindeutig bestimmbar ist, kann keine absolute Kraftbestimmung erfolgen. Jedoch kann der minimale Kraftübertrag der Zelle auf die Säulen unter folgenden Annahmen abgeschätzt werden: Die Zellkraft greift direkt am Säulenkopf an und es gilt der lineare Zusammenhang zwischen Kraft und Auslenkung der Säule, wobei die zweite Annahme nur für kleine Auslenkungen gilt. Bei den in diesem Experiment verwendeten GaAs-Säulen beträgt die Federhärte $3 \cdot 10^{-3}$ N/m, wodurch Kräfte ab 45 pN aufgelöst werden können. Bei typischen Säulenauslenkungen von 300 nm bis 1 μ m resultieren daraus minimale Zellkräfte im einstelligen Nanonewtonbereich.

Die Bestimmung der Angriffshöhe der Zellkraft wird in weiterführenden Experimenten mit einem konfokalen Fluoreszenzmikroskop in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl Rädler durchgeführt. Des Weiteren gilt es die nichtlinearen Eigenschaften der GaAs-Säulen zu charakterisieren.

Kapitel 5

Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung

Die vorliegende Dissertation beschäftigt sich mit der Herstellung sowie der mechanischen Charakterisierung von senkrecht auf dem Substrat stehenden, invertiert konischen GaAs-Nano-/Mikrosäulen. Das in dieser Doktorarbeit und der vorangegangenen Diplomarbeit [40] entwickelte Herstellungsverfahren für solche Strukturen erlaubt eine große Variation der geometrischen Abmessungen. Durch die invertierte Verjüngung der Säulen sind Strukturgrößen bis unterhalb des Standards der elektronenlithographischen Auflösungsgrenze möglich [39]. Die in dieser Arbeit charakterisierten Säulengeometrien erstrecken sich über einen sehr großen Bereich mit Säulenkopfradien zwischen 30 und 1250 nm, Säulenrumpfradien zwischen 10 und 1000 nm und Säulenhöhen zwischen 2 und 10 μm . Aufgrund dieser hohen Variationsbreite können weitreichende Aussagen über physikalische Kenngrößen getroffen werden.

Im ersten Hauptkapitel wurden die mechanischen Eigenschaften der einzelnen GaAs Mikro/-Nanosäulen vorgestellt. Es wurden zwei essentielle experimentelle Fortschritte auf dem Gebiet der Nanomechanik für senkrecht auf dem Substrat stehende Nanoresonatoren erzielt: ein externer Antrieb mittels Scherpiezo und eine externe, optische Detektion. Der experimentelle Aufbau dieser Detektion besteht im Wesentlichen aus einem durch ein Mikroskopobjektiv fokussierten Laserstrahl, welcher senkrecht auf den Substratboden trifft und von diesem reflektiert wird. Im Lichtkegel des Laserstrahls befindet sich eine GaAs-Säule. Die Intensitätsverteilung des reflektierten Laserlichts wird aufgrund der getriebenen Säulenschwingung moduliert. Die so zustande kommenden Lichtmodulationen wurden durch „Finite Difference Time Domain“-Simulationen nachvollzogen. Die hohe Empfindlichkeit dieses Messprinzips ermöglicht es sogar die thermische Bewegung des Resonators bei Raumtemperatur im Vakuum nachzuweisen. Weitere Vorteile dieser Detektion sind die einfache Proben- und die schnelle Messsignaljustage.

Die in der Doktorarbeit untersuchten GaAs-Säulen wurden sowohl in Abhängig-

keit ihrer Geometrie, als auch des Umgebungsdruckes seriell charakterisiert. Dabei konnte gezeigt werden, dass sowohl der Antrieb als auch die Detektion der Eigenfrequenzen über drei Größenordnungen von 100 kHz bis 100 MHz funktionieren. Es konnte zwar kein geometrieabhängiger Dämpfungsmechanismus verifiziert werden, jedoch lässt sich die umgebungsdruckabhängige Dämpfung analytisch beschreiben. Durch die umfassenden Datensätze ist es möglich, bei einer gegebenen Säulengeometrie Vorhersagen über die druck- wie auch geometrieabhängige Dämpfung zu treffen. Eine der Herausforderungen bei der theoretischen Beschreibung der Auslenkungsbewegung von invertiert konischen GaAs-Säulen liegt in ihren nicht konstanten Querschnittsflächen, wodurch die Bewegungsgleichung nicht mehr mit der Euler-Bernoulli-Balkentheorie lösbar ist. Eine weitere Herausforderung tritt auf, wenn das Verhältnis von Rumpfradius und Höhe der Säule den kritischen Wert von 0.1 überschreitet. Der hier vorgestellte Lösungsansatz der Bewegungsgleichungen unter Berücksichtigung der erwähnten Herausforderungen bezieht sich auf eine Erweiterung der Euler-Bernoulli-Balkentheorie durch die Scherverformung, sowie der physikalisch sinnvollen Annahme einer entlang der Säule homogen verteilten Antriebskraft.

Die sich daraus ergebenden Lösungen erlauben es einen analytischen Zusammenhang zwischen der Eigenfrequenz und der Geometrie herzustellen. Dieser Zusammenhang wurde nicht nur mit Finite-Elemente-Methode (FEM)-Simulationen, sondern auch mit den experimentellen Daten des kompletten Eigenfrequenzbereiches (100 kHz bis 100 MHz) bestätigt. Dadurch ist es möglich, mittels der gemessenen Eigenfrequenzen und der dazugehörigen gemessenen Säulengeometrien den Elastizitätsmodul (E -Modul) der Säulen zu bestimmen. Es zeigt sich, dass dieser geometrieunabhängig und selbst für nanoskalige Säulen konstant $E = 45 \pm 3$ GPa ist.

Aufbauend auf den umfangreichen Charakterisierungen der einzelnen Säulen wird im zweiten Hauptkapitel dieser Dissertation ein weiterer Vorteil der GaAs-Säulen genutzt. Im Gegensatz zu planar auf dem Substrat angeordneten Resonatoren lassen sich mit senkrecht auf dem Substrat stehenden Säulen sehr hohe Integrationsdichten erzielen. In dieser Arbeit wurden Felder mit periodisch angeordneten, nominell identischen Säulen vorgestellt. Typische Gitterpunktabstände der GaAs-Säulen liegen zwischen 1 und 10 Mikrometern, so dass auf einer Fläche von 1 Quadratzenimeter bis zu 100 Millionen Säulen Platz haben. Aufgrund der großen Anzahl der Säulen wurden für diese Arbeit zwei neue Detektionsmethoden entwickelt, welche die gleichzeitige Charakterisierung von mehr als tausend Nanoresonatoren bei Umgebungsdruck ermöglichen.

Die erste Methode basiert auf der optischen Mikroskopabbildung der Säulenköpfe. Die resultierenden Mikroskopaufnahmen wurden mit einem eigens dafür entwickelten Auswertungsprogramm analysiert. Die Schwingungsamplituden der resonant getriebenen GaAs-Säule können oft mehr als ein Mikrometer betragen und werden mit einer Genauigkeit von 25 nm bestimmt. Nachteil dieser Detektionsmethode ist die zeit- und rechenintensive Datenauswertung sowie die Limitierung der Säulenfeldgröße aufgrund des begrenzten Abbildungsvermögens des optischen Mikroskops. Trotzdem wurden mit dieser Detektion erstmals mehr als 1000 Nanoresonatoren

gleichzeitig analysiert. Des Weiteren wurde mit derselben Detektionsmethode festgestellt, dass lokalisierte Schwingungsmoden im Säulenfeld auftreten. Diese Moden bestehen aus mehreren, bei der gleichen Treibfrequenz schwingenden Säulen, wobei bevorzugt die nächsten Säulennachbarn schwingen. Bemerkenswerterweise besitzen diese eine um mehr als eine Größenordnung kleinere Halbwertsbreite als die von einzelnen Säulen bei gleichem Umgebungsdruck.

Die zweite Detektionsmethode basiert auf der Lichtbeugung an einem zweidimensionalen Gitter, welches aus periodisch angeordneten Säulen besteht. Durch eine Störung der Gitterperiodizität treten auch Änderungen im Beugungsbild auf. Diese wurden anhand der Intensität der Braggreflexe analysiert und wiesen Intensitätseinbrüche auf, welche mit den zuvor beschriebenen lokalisiert auftretenden Schwingungsmoden identifiziert werden konnten. Die Vorteile dieser Detektionsmethode sind die geringen Anschaffungskosten des Detektionsaufbaus, da dieser im Wesentlichen aus einem Laser und einer CCD-Kamera besteht und dem Wegfall einer schnellen Detektionselektronik, welche im Gegensatz dazu bei der Reflexionsdetektion benötigt wird. Des Weiteren sind keine rechenintensiven Datenauswertungen wie bei der Mikroskopabbildungsdetektion erforderlich, da keine Bildverarbeitung stattfindet, sondern ausschließlich die Intensität der Braggreflexe analysiert wird. Jedoch gehen bei der Beugungsdetektion Informationen einzelner Säulenschwingungen sowie die örtliche Verteilung der auftretenden Schwingungen im Säulenfeld verloren. Darüber hinaus ist die Limitierung der Säulenfeldgröße bzw. der Säulenanzahl lediglich durch den einstellbaren Laserstrahldurchmesser vorgegeben, wodurch eine wesentlich größere Anzahl an Säulen untersucht werden konnte als bei der Detektion mittels Mikroskopabbildung.

Neben der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften einzelner und periodisch angeordneter GaAs-Säulen, welche in den ersten beiden Kapiteln vorgestellt wurden, wurden im letzten Kapitel zwei wesentliche Eigenschaften der invertiert konischen Säulen genutzt, um die Kräfte lebender *Dictyostelium discoideum*-Zellen im Fluoreszenzmikroskop zu untersuchen. Die erste Eigenschaft ist der kleine Säulentrumpfradius ($r < 50$ nm), wodurch ultra flexible Nanosäulen mit Federhärten bis in den Bereich von 10^{-5} N/m realisiert wurden. Die zweite Eigenschaft ist der im Verhältnis zum Säulentrumpfradius größere Säulenkopfradius ($R > 250$ nm). Dadurch sind die Säulenkopffpositionen in der Abbildung des Mikroskops detektierbar und es konnten zellinduzierte Säulenauslenkungen im Bereich von einem Mikrometer detektiert werden. Dies ermöglicht direkte Rückschlüsse auf die ausgeübte Zellkraft der *Dictyostelium discoideum*-Zelle.

Zusammengefasst wurden essentielle Fortschritte auf dem Gebiet des Antriebs und der Detektion einzelner und periodisch angeordneter, nanoskaliger, invertiert konischer GaAs-Säulen erzielt. Dabei wurden die mechanischen Eigenschaften der GaAs-Säulen über einen Eigenfrequenzbereich von drei Größenordnungen charakterisiert. Die resonant getriebenen Säulenfelder zeigten nicht nur überraschend kleinere Halbwertsbreiten bei Atmosphärendruck, sondern es konnten auch ultra flexible Säulen hergestellt werden, welche als Kraftsensoren für lebende Zelle dienen.

Ausblick

Die erzielten Ergebnisse werfen weitere wissenschaftliche wie auch anwendungsbezogene Fragestellungen auf, welche im folgenden Abschnitt erörtert werden. Darüber hinaus werden weitere Optimierungen der experimentellen Aufbauten vorgestellt.

Um weitere Steigerungsmöglichkeiten der Detektionssensitivität der Reflexionsdetektion (siehe Unterkapitel 2.2) einzelner Resonatoren zu erzielen, soll in zukünftigen Experimenten ein speziellen Photodetektor benutzt werden, welcher bei der verwendeten Laserwellenlänge von 405 nm eine dreimal höhere Sensitivität aufweist. Auch die bis dato unpräzise Bestimmung der Säulenposition relative zum Laserspot sowie fehlende Information über die Richtung der Säulenauslenkung kann durch Verwendung einer Quadratendiode verbessert bzw. gewonnen werden. Dadurch wird ein direkter Vergleich mit den FDTD-Simulationen aus dem Unterkapitel 2.3 ermöglicht.

Aufgrund der Vorzüge der Reflexionsdetektion wie die nicht invasive, externe und schnelle Charakterisierung gegenüber bisheriger Detektionsmethoden (siehe Unterkapitel 2.2.1), plant die Firma *nanotools*¹ die kommerzielle Nutzung dieser Detektion. Dadurch soll eine neue Qualitätskontrolle durch die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften ihrer amorphen, diamantartigen Nanospitzen eingeführt werden.

Die im Unterkapitel 2.5.3 beschriebenen experimentell bestimmten Daten der geometrieabhängigen Dissipation der GaAs-Säulen konnten anhand von zahlreichen Veröffentlichungen auf diesem Gebiet [68], [69] [75] bislang nicht interpretiert werden. Aus diesem Grund wurden die Messergebnisse mit den beiden Experten Dr. I. Wilson-Rae und Prof. R. Lifschitz diskutiert. Ein möglicher Ansatz die auftretende Dissipation zu erklären, ist die Erweiterung der bestehenden Theorie der Aufhängeverluste [69] mit der Theorie der verformungsabhängigen Volumen- und Oberflächendämpfung. Diese Dämpfung ist von den unterschiedlichen Beiträgen der geometrieabhängigen Biege - und Scherverformungen (siehe Unterkapitel 2.6) abhängig.

Eine bis jetzt nicht charakterisierte mechanische Eigenschaft der einzelnen GaAs-Säulen ist ihre Nichtlinearität, welche aufgrund sehr großer Auslenkungen auftritt. Des Weiteren sind detaillierte Untersuchungen der Säulen mit Rumpfradien im Bereich unterhalb von 50 Nanometer notwendig, um kleinste Federhärten im Bereich von 10^{-5} N/m verlässlich bestimmen zu können. Dabei liefern Aufnahmen des Transmissionselektronenmikroskops sowohl Aufschluss über die Kristallstruktur des Säulenrumpfes als auch über eine präzisere Bestimmung der Radien. Dadurch wird der Messfehler der geometrischen Abmessungen weiter minimiert, wodurch auch der E -Modul exakter bestimmt werden kann. Eine Geometrieabhängigkeit des E -Moduls ist nach dem theoretischen Modell [102] erst unterhalb von 20 Atomlagen zu erwarten. Die in dieser Arbeit untersuchten GaAs-Säulen liegen immer oberhalb dieser

¹<http://www.nanotools.com>

Grenze, dies wurde durch den gemessenen geometrieunabhängigen E -Modul bestätigt.

Die mechanischen Eigenschaften einzelner Nanoresonatoren sind aufgrund ihrer kleinen Massen, ihren hohen mechanischen Güten und ihrer kleinen Federhärten besonders interessant für sensorische Anwendungen. Neben der hohen Sensitivität auf externe Kräfte, wie die der Zellkraft [26], sind die Nanoresonatoren äußerst sensitiv die Anlagerung von Masse [2], [104], welche beispielsweise durch Physisorption und/oder Chemisorption auf dem mechanischen Resonator stattfindet. Diese Masseanlagerungen werden in der Regel über die Eigenfrequenzverschiebung bestimmt. Durch eine spezielle Funktionalisierung des Resonators [104] lassen sich spezifische Anlagerungsprozesse erzielen. Diese erfolgen meistens statistisch verteilt entlang des ganzen Resonators [2], [105], wodurch sich dessen mechanische Güte verschlechtert. Auch für diese Anwendung eignen sich invertiert konische Säulen aufgrund ihrer geometrischen Eigenschaften. So ist eine ausschließliche Funktionalisierung der Säulenköpfe beispielsweise durch Aufdampfen einer geeigneten Substanz möglich. Dadurch findet eine spezifische Masseanlagerung nur an der massesensitivsten Stelle des Resonators statt. Zudem treten am Säulenkopf, dem freien Ende des Resonators, keine Verformungsspannungen auf, wodurch sich weder die mechanische Güte, noch die Federhärte ändert [106].

Da der Adsorptionsprozess meistens zeitlich, wie auch örtlich statistisch verteilt ist, sind statistische Messungen der Frequenzverschiebungen notwendig. Diese Art der Messung ist mit einer großen Anzahl an Resonatoren realisierbar, welche im optimalen Fall zeitgleich ausgewertet werden.

Anhand von Säulenfeldern mit mehreren tausend Säulen wurden zwei verschiedene Detektionsmethoden zur gleichzeitigen Detektion vieler Resonatoren vorgestellt, wobei die Beugungsdetektionsmethode (siehe Unterkapitel 3.4) aufgrund des einfachen optischen Aufbaus und der schnellen Auswertung im Bezug auf sensorische Anwendungen das größere Potential aufweist. Zusätzlich zeigten die resonant getriebenen Schwingungsmoden der Säulenfelder vorteilhafte kleine Halbwertsbreiten (< 3 kHz) bei Atmosphärendruck. Diese Moden mit bevorzugt benachbart schwingenden Säulen weisen auf eine Kopplung hin, welche es noch zu charakterisieren gilt. Dabei sind zwei Mechanismen naheliegend: Kopplung über die Gasumgebung und/oder Kopplung über das Substrat. Diese sollen in weiter geplanten Experimenten durch Variation des Umgebungsdrucks und/oder Abstandvariation nächster Säulennachbarn verifiziert und optimiert werden.

Gekoppelte Systeme faszinieren schon seit langer Zeit die Wissenschaft. So zeigte C. Huygens vor mehr als drei Jahrhunderten, dass zwei Wanduhren [107] sich synchronisieren können. Dieses Phänomen wurde auch bei gekoppelten nanomechanischen Resonatoren [108] beobachtet. Eine weitere Eigenschaft dieser Systeme sind lokalisiert auftretende Schwingungsmoden [109]. Ferner eignen sich gekoppelte Schwingungsmoden besonders zur optomechanischen Signalverarbeitung wie der Frequenzfilterung [110], der Modulation von Licht [28] sowie zur Massenspektroskopie. Bemerkenswerterweise besitzen diese Moden eine wesentlich größere Massensensitivität

als einzelne Resonatoren [27].

Neben der Massenspektroskopie ist die Kraftspektroskopie an lebenden Zellen, die im letzten Kapitel vorgestellt wird, ein weiteres vielversprechendes Forschungsgebiet. In weiterführenden Projekten außerhalb dieser Dissertation geht es um die konsequente Weiterführung und -entwicklung der Kraftspektroskopie von lebenden Zellen. Dabei sollen die Vorteile der präzise herstellbaren Festkörpernanostrukturen, die bereits in dieser Arbeit aufgezeigt wurden, weiterhin genutzt werden, um die schwer kontrollierbare und analysierbare Zellphysik zu verstehen. Folgende bisher nichtcharakterisierte Phänomene sind besonders erwähnenswert, die absolute Kraftbestimmung lebender Zellen sowie die Identifizierung von Kraftmechanismen. Dazu kann mit einem konfokalen Fluoreszenzmikroskop die Angriffshöhe der Zellkraft entlang der Säulen bestimmt werden, wodurch die Säulenauslenkung genauer mit der ausgeübten Kraft korreliert wird. Des Weiteren ermöglicht der Einsatz spezieller Fluoreszenzmarker und Knock-out Mutanten das Erkennen oder Blockieren spezieller Zellmechanismen, wodurch einzelne Kraftmechanismen identifiziert werden sollen.

Aus medizinischer und pharmazeutischer Sicht sind neben der absoluten Zellkraftbestimmung auch relative Zellkraftänderungen aufgrund der Wirkung eines Medikaments interessant. Um den Einfluss eines Medikaments verlässlich zu diagnostizieren, müssen vielen Zellen untersucht werden. Diese Messungen können neben der im Kapitel 4 vorgestellten Methode auch ohne weiteres mit der Beugungsdetektion vorgenommen werden. Mit Hilfe dieser ist eine mittlere, zellinduzierte Säulenauslenkung bestimmbar, welche wiederum einer mittleren Zellkraft entspricht. Selbst ohne eine absolute Kraftbestimmung kann eine relative Zellkraftänderung durch Zugabe eines Medikaments simultan und schnell bestimmt werden. Ein weiterer Vorteil ist die nicht relevante Limitierung der Feldgröße, was wiederum keine Einschränkung der Zellgröße wie auch der Zellanzahl bedeutet.

Die Finanzierung der zukünftigen Zellkraftprojekte erfolgt zum größten Teil aus Mitteln des VW-Vorhabens mit dem Titel „Dynamic force field mapping of living cells in a macro-scale transducer array based on flexible semiconductor nanopillars“ von Dr. E. Weig und Dr. D. Heinrich mit einem Gesamtbudget von 700 000 €, welches überwiegend auf den in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnissen und den daraus resultierenden Anwendungsmöglichkeiten basiert.

Neben den Anwendungsmöglichkeiten der GaAs-Säulen als funktionales Element eines Kraft- oder Massesensors, zeigt die einfache und kostengünstige Detektion das Potential einer neuen Technologie auf. Infolgedessen wurden im Mai 2011 zwei Patentanmeldeverfahren beim Deutschen Patentamt eingeleitet.

Kurz zusammengefasst bezieht sich die erste Patentanmeldung (siehe Publikationsliste Publikation 4) auf das funktionale Element mit dem besonderen Merkmal der Unterkehrigkeit und mit den kleinsten geometrischen Abmessungen von kleiner 100 Nanometern. Es sollen Zellkräfte wie auch Masseanlagerungen präzise und reproduzierbar ermittelt werden. Die zweite Patentanmeldung (siehe Publikationsliste Publikation 5) beinhaltet die Beugungsdetektion zweidimensionaler Säulenfelder mit

einer sehr großen Anzahl an nanoskaligen Säulen. Mittels der oben genannten Detektion wird die gleichzeitige Auswertung einer sehr großen Anzahl an Säulen ermöglicht, wodurch statistisch verteilte Prozesse wie die der Masseanlagerung oder der Medikamentenwirkung auf die Kraftantwort einer Zelle berücksichtigt werden.

Publikationsliste

Publikationen:

1. *Fluctuating nanomechanical system in a high finesse optical microcavity*
Ivan Favero, Sebastian Stapfner, David Hunger, Philipp Paulitschke, Jakob Reichel, Heribert Lorenz, Eva M. Weig, Khaled Karrai
Optics Express **17**, 12813 (2009)
2. *Cavity nano-optomechanics: a nanomechanical system in a high finesse optical cavity*
Sebastian Stapfner, Ivan Favero, David Hunger, Philipp Paulitschke, Jakob Reichel, Khaled Karrai, Eva M. Weig
Proc. of SPIE **7727**, 7727061 (2010)
3. *Spring constant calibration of ultra-soft conical nanopillars for ultra-sensitive force detection applications*
Philipp Paulitschke, Norbert Seltner, Andrej Lebedev, Felix Keber, Doris Heinrich, Eva M. Weig
Manuskript in Vorbereitung
4. Aktenzeichen: DE 10 2011 050 490.7
Anmeldetag: 19.05.2011
Erfinder: Philipp Paulitschke, Doris Heinrich, Felix Keber
Patentanmelder: Philipp Paulitschke
5. Aktenzeichen: DE 10 2011 050 493.1
Anmeldetag: 19.05.2011
Erfinder: Philipp Paulitschke
Patentanmelder: Bayerische Patentallianz GmbH

Anhang A

Anhang

A.1 Eigenfrequenz nach der ersten Methode nach Ritz

Auf der folgenden Seite wird die Eigenfunktion nach der ersten Methode nach Ritz [41] vorgestellt.

$$\omega_{Ritz}^2 = \frac{E}{\rho} G_{Ritz}^2$$

$$G_{Ritz}^2 = \frac{1}{2h^4} \left(\frac{0.000266111r^6 + 0.00174559r^5 R + 0.00623509r^4 R^2 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4}{1.12074 \cdot 10^{-6}r^4 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4} - \frac{0.00513965r^3 R^3 + 0.00544116r^2 R^4 + 0.0040778r R^5 + 0.00155591R^6}{1.12074 \cdot 10^{-6}r^4 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4} - \frac{\sqrt{4.9273 \cdot 10^{-8}r^{12} + 6.59465 \cdot 10^{-7}r^{11} R + 4.61872 \cdot 10^{-6}r^{10} R^2 + 0.0000190443r^9 R^3 + 0.0000492827r^8 R^4 + 0.0000716939r^7 R^5 + 0.0000190443r^6 R^6 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4}}{1.12074 \cdot 10^{-6}r^4 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4} - \frac{0.0000967389r^6 R^6 + 0.00010391r^5 R^7 + 0.0000871484r^4 R^8 + 0.0000591964r^3 R^9 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4}{1.12074 \cdot 10^{-6}r^4 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4} - \frac{0.0000332756r^2 R^{10} + 0.0000126413r R^{11} + 2.41661 \cdot 10^{-6} R^{12}}{1.12074 \cdot 10^{-6}r^4 + 0.0000109486r^3 R + 0.0000562645r^2 R^2 + 0.0000805772r R^3 + 0.0000466634R^4} \right) \quad (A.1)$$

A.2 Resonant getriebenes Säulenfeld

In Abbildung A.1 ist eine optische Mikroskopabbildung eines 40 x 40 großen Säulenfeldes bei der Frequenz $f = 1.72$ MHz dargestellt.

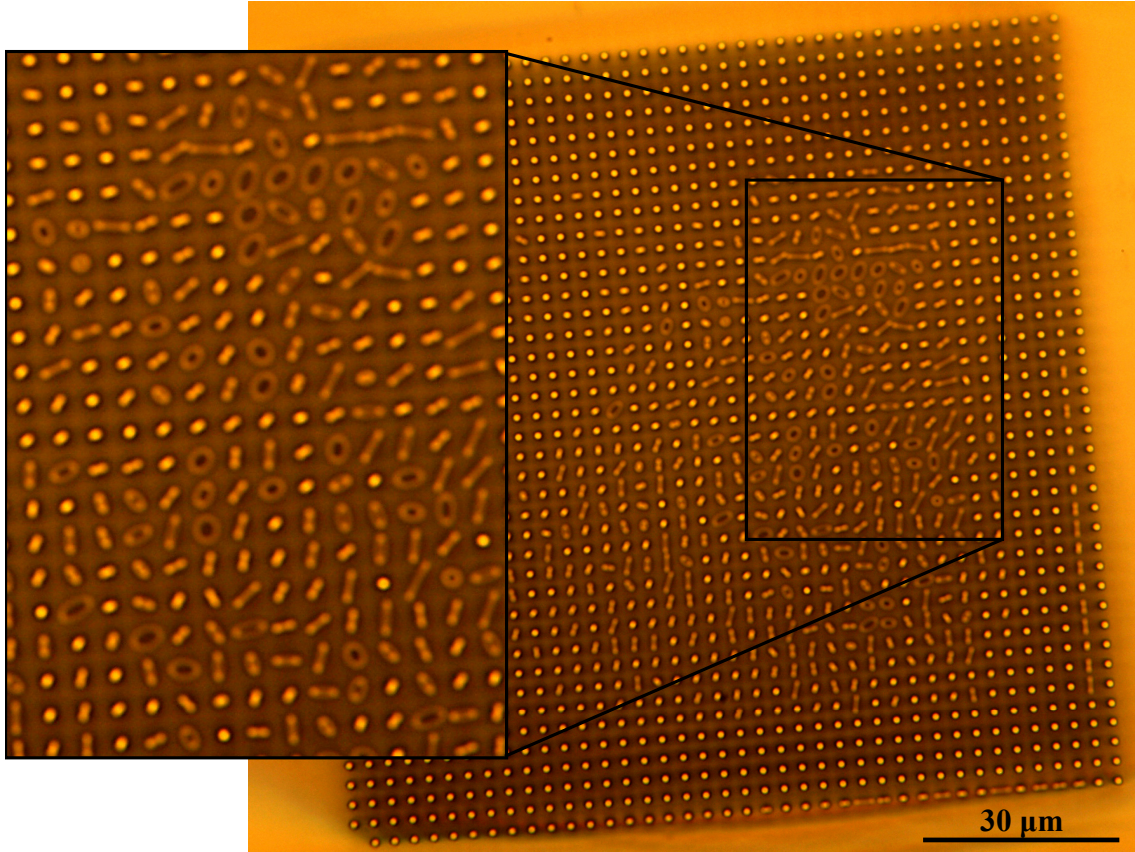


Abbildung A.1: Draufsicht eines resonant getriebenen 40 x 40 großen Säulenfeldes ($r = 280$ nm, $R = 500$ nm, $h = 10$ μ m, $p = 3$ μ m)

A.3 Fouriertransformation eines zweidimensionalen Gitters

Ausgehend von einem rechtwinkligen Kreisgitter mit N Kreisen im Gitterpunktabstand p in x - und M Kreisen im Gitterpunktabstand p in y -Richtung wird in diesem Unterkapitel die Intensitätsverteilung aus der Formel 3.7 schrittweise hergeleitet. Der Ursprung des Koordinatensystems zur Angabe der Öffnungsfunktion ist frei wählbar, da sich $a(x, y)$ nur um konstante Phasenfaktoren ändert. Die zu bestimmende Intensitätsverteilung $I(k_x, k_y)$ bleibt jedoch unverändert. Wie in der Formel

3.5 beschrieben, lässt sich die Öffnungsfunktion $a(x, y)$ als Faltung eines quadratischen Gitters bestehend aus δ - Funktionen und einer Kreisblendefunktion $a_e(x, y)$ formulieren, wobei $a_e(x, y)$ die Kreisfunktion ist.

$$a(x, y) = a_e(x, y) \otimes p^2 \sum_{n=0}^{N-1} \delta(x - np) \sum_{m=0}^{M-1} \delta(y - mp) \quad (\text{A.2})$$

$$\text{mit } a_e(x, y) = \begin{cases} 1 & \text{für } x^2 + y^2 \leq (d/2)^2 \\ 0 & \text{sonst} \end{cases}$$

Nun werden schrittweise die Umformungen der Fouriertransformation von $a(x, y)$ ausgeführt, unter Anwendung der Eigenschaften der FT, welche in der folgenden Tabelle A.1 zusammengefasst sind. Dabei sind $x_0, y_0, a \neq 0$ und $b \neq 0$ reelle Zahlen und $G(u, v) = FT\{g(x, y)\}$, $H(u, v) = FT\{h(x, y)\}$ und $F(u, v) = FT\{f(x, y)\}$ zweidimensionale FT.

	Eigenschaften	$f(x, y)$	$F(u, v) = FT\{f(x, y)\}$
1	Verschiebung	$g(x - x_0, y - y_0)$	$\exp(-i(x_0 u + y_0 v)) \cdot G(u, v)$
2	Linearität	$a \cdot g(x, y) + b \cdot h(x, y)$	$a \cdot G(u, v) + b \cdot H(u, v)$
3	Skalierung	$g(ax, by)$	$1/ ab \cdot G(u, v)$
4	Faltung	$g(x, y) \otimes h(x, y)$	$G(u, v) \cdot H(u, v)$
5	Umk. Faltung	$g(x, y) \cdot h(x, y)$	$G(u, v) \otimes H(u, v)$
6	Separables $f(x, y)$	$g(x) \cdot h(y)$	$G(u) \cdot H(v)$
7	Umk. Verschiebung	$\exp(-i(u_0 x + v_0 y)) \cdot g(x, y)$	$G(u - u_0, v - v_0)$

Tabelle A.1: Eigenschaften der FT in kartesischen Koordinaten

$$\begin{aligned}
 FT\{a(x, y)/p^2\} &\stackrel{Tab.A.1.4}{=} FT(\{a_e(x, y)\} \cdot FT\left\{\sum_{n=0}^{N-1} \delta(x - np) \cdot \sum_{m=0}^{M-1} \delta(y - mp)\right\}) \\
 &\stackrel{Tab.A.1.6}{=} A_e(k_x, k_y) \cdot FT\left\{\sum_{n=0}^{N-1} \delta(x - np)\right\} \cdot FT\left\{\sum_{m=0}^{M-1} \delta(y - mp)\right\} \\
 &\stackrel{Tab.A.1.2}{=} A_e(k_x, k_y) \cdot \sum_{n=0}^{N-1} FT\{\delta(x - np)\} \cdot \sum_{m=0}^{M-1} FT\{\delta(y - mp)\} \\
 &\stackrel{FT\{\delta-Fkt.\}}{=} A_e(k_x, k_y) \cdot \sum_{n=0}^{N-1} e^{-ik_x np} \cdot \sum_{m=0}^{M-1} e^{ik_y mp} = A_e(k_x, k_y) \cdot \sum_{n=0}^{N-1} (e^{ik_x p})^n \cdot \sum_{m=0}^{M-1} (e^{-ik_y p})^m
 \end{aligned} \quad (\text{A.3})$$

Unter Anwendung der geometrischen Reihe

$$\sum_{n=0}^N q^n = \frac{q^{N+1} - 1}{q - 1}, \quad (\text{A.4})$$

wobei q eine reelle Zahl und ungleich 1 ist, lässt sich Formel A.3 wie folgt formulieren

$$FT \{a(x, y)\} = p^2 A_e(k_x, k_y) \cdot \frac{e^{ik_x p N} - 1}{e^{ik_x p} - 1} \cdot \frac{e^{ik_y p M} - 1}{e^{ik_y p} - 1}. \quad (\text{A.5})$$

Wird der Zusammenhang zwischen der Exponentialfunktion und der trigonometrischen Sinus-Funktion ausgenutzt

$$\sin(z) = \frac{1}{2i}(e^{iz} - e^{-iz}), \quad (\text{A.6})$$

wobei z eine komplexe Zahl ist, dann lässt sich der erste Term mit der Exponentialfunktion aus der Formel A.5 wie folgt umformen

$$\begin{aligned} \frac{e^{ik_x p N} - 1}{e^{ik_x p} - 1} &= \frac{(e^{ik_x p N/2} - e^{-ik_x p N/2})}{(e^{ik_x p/2} - e^{-ik_x p/2})} \cdot \frac{e^{ik_x p N/2}}{e^{ik_x p/2}} \\ &= \frac{(e^{ik_x p N/2} - e^{-ik_x p N/2})}{(e^{ik_x p/2} - e^{-ik_x p/2})} \cdot \frac{2i}{2i} \cdot e^{ik_x p(N-1)/2} = \frac{\sin(Nk_x p/2)}{\sin(k_x p/2)} e^{ik_x p/2(N-1)}. \end{aligned} \quad (\text{A.7})$$

Somit ergibt sich aus der Formel A.5

$$\begin{aligned} FT \{a(x, y)\} &= E(k_x, k_y) \\ &= p^2 A_e(k_x, k_y) \frac{\sin(Nk_x p/2)}{\sin(k_x p/2)} e^{ik_x p/2(N-1)} \cdot \frac{\sin(Mk_y p/2)}{\sin(k_y p/2)} e^{ik_y p/2(M-1)} \end{aligned} \quad (\text{A.8})$$

und es folgt die Intensitätsverteilung $I(k_x, k_y)$

$$\begin{aligned} I(k_x, k_y) &\propto E(k_x, k_y) \cdot E^*(k_x, k_y) \\ &= p^4 A_e^2(k_x, k_y) \left(\frac{\sin(N \frac{k_x p}{2})}{\sin(\frac{k_x p}{2})} \right)^2 \left(\frac{\sin(M \frac{k_y p}{2})}{\sin(\frac{k_y p}{2})} \right)^2. \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

Literaturverzeichnis

- [1] R. Feynman; Engineering of Science **23**, 22 (1960)
- [2] K. Jensen, K. Kim and A. Zettl; Nature Nanotechnology **3**, 533 (2008)
- [3] H. Mamin and D. Rugar; Appl. Phys. Lett. **79**, 3358 (2001)
- [4] A. Cleland and M. Roukes; Nature **392**, 160 (1998)
- [5] D. Rugar, R. Budakian, H. Mamin and B. Chui; Nature **430**, 329 (2004)
- [6] C. Degen, M. Poggio, H. Mamin, C. Rettner and D. Rugar; PNAS **106**, 1313 (2009)
- [7] A. O'Connell, M. Hofheinz, M. Ansmann, R. Bialczak, M. Lenander, E. Lucero, M. Neeley, D. Sank, H. Wang, M. Weides, J. Wenner, J. Martinis and A. Cleland; Nature **464**, 697 (2010)
- [8] R. Knobel and A. Cleland; Nature, **424**, 291 (2003)
- [9] D. Rugar and P. Gruetter; Phys. Rev. Lett. **67**, 699 (1991)
- [10] Q. Unterreithmeier, E. Weig and J. Kotthaus; Nature **458**, 1001 (2009)
- [11] A. Sampathkumar, T. Murray and K. Ekinici; Appl. Phys. Lett. **88**, 223104 (2006)
- [12] D. Hessman, M. Lexholm, K. Dick, S. Ghatnekar-Nilsson and L. Samuelson; Small **3**, 1699 (2007)
- [13] K. Zinoviev, C. Dominguez, J. Plaza, V. Cadarso Busto and Laura M. Lechuga; J. Lightw. Technol. **24**, 2132 (2006)
- [14] D. Koenig, E. Weig and J. Kotthaus; Nature Nanotechnology **3**, 482 (2008)
- [15] S. Verbridge, J. Parpia, R. Reichenbach, L. Bellan and H. Craighead; J. Appl. Phys. **99**, 124304 (2006)
- [16] G. Jänchen, P. Hoffmann, A. Kriele, H. Lorenz, A. J. Kulik and G. Dietler; Appl. Phys. Lett. **80**, 4623 (2002)

- [17] I. Favero, S. Stapfner, D. Hunger, P. Paulitschke, J. Reichel, H. Lorenz, E. M. Weig, and Khaled Karrai; *Opt. Express* **17**, 12813 (2009)
- [18] E. Gil-Santos, D. Ramos, J. Martinez, M. Fernandez-Regulez, R. Garcia, A. San Paulo, M. Calleja and J. Tamayo; *Nature Nanotech.* **5**, 644 (2010)
- [19] B. Sanii and P. Ashby; *Phys. Rev. Lett.* **104**, 147203 (2010)
- [20] D. Scheible and R. Blick; *Appl. Phys. Lett.* **84**, 4632 (2004)
- [21] Q. Chen, Y. Shi, Y. Zhang, J. Zhu and Y. Yan; *Phys. Rev. Lett.* **96**, 075505 (2006)
- [22] M. Lexholm, I. Karlsson, F. Boxberg and Dan Hessman; *App. Phys. Lett.* **95**, 113103 (2009)
- [23] C. Nam, P. Jaroenapibal, D. Tham, D. E. Luzzi, S. Evoy, and J.Fischer; *Nano Lett.* **6**, 153 (2006)
- [24] K. Magnus and K. Popp; „Schwingungen“, (Stuttgart, Teubner, 1997)
- [25] A. Torii, M. Sasaki, K. Hane and S. Okuma; *Meas. Sci. Technol.* **7**, 179 (1996)
- [26] W. Hallstrom, M. Lexholm, D. Suyatin, G. Hammarin, D. Hessman, L. Samuelson, L. Montelius, M. Kanje and C. Prinz; *Nano Lett.* **10**, 782 (2010)
- [27] M. Spletzer, A. Raman, H. Sumali and J. Sullivan; *App. Phys. Lett.* **92**, 114102 (2008)
- [28] E. Buks and M. Roukes; *J. Microelectromech. Syst.* **11**, 802 (2002)
- [29] S. Perisanu, T. Barois, P. Poncharal, T. Gaillard, A. Ayari, S. Purcell and P. Vincent; *App. Phys. Lett.* **98**, 063110 (2001)
- [30] H. Delanoe-Ayari, S. Iwaya, Y. Maeda, J. Inose, C. Riviere, M. Sano and J. Rieu; *Cell Motility and the Cytoskeleton* **65**, 314 (2008)
- [31] J. Tan, J. Tien, D. Pirone, D. Gray, K. Bhadriraju and C. Chen; *PNAS* **100**, 1484 (2003)
- [32] O. Roure, A. Saez, A. Buguin, R. Austin, P. Chavier, P. Silberzan and B. Ladoux; *PNAS* **102**, 2390 (2005)
- [33] C. Kittel; „Einführung in die Festkörperphysik“, München (2002)
- [34] http://de.wikipedia.org/wiki/Dictyostelium_discoideum
- [35] M. Lexholm, „Optical Imaging for Nanowire Mechanics“ (Dissertation, Lund Universität, 2010)
- [36] C. Hsu, S. Connor, M. Tang and Y. Cui; *Appl. Phys. Lett.* **93**, 133109 (2008)

- [37] J. Jung, Z. Guo, S. Jee, H. Um, K. Park and J. Lee; Optics Express **18**, 286 (2010)
- [38] K. Dick, K. Deppert, L. Samuelson and W. Seifert; J. Crystal Growth **298**, 631 (2007)
- [39] L. Samuelson; Mater. Today **6**, 22 (2003)
- [40] P. Paulitschke, „Anregung dreidimensionaler Halbleiter Nano-/Mikrostrukturen“ (Diplomarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2007)
- [41] N. Seltner, „Mechanische Eigenschaften nanostrukturierter GaAs-Säulen“, (Diplomarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2010)
- [42] M. Volatier, D. Duchesne, R. Morandotti, R. Ares and V. Aimez; Nanotechnology **21**, 134014 (2010)
- [43] G. Binnig, C. Gerber and C. Quate; Phys. Rev. Lett. **56**, 930-933 (1986)
- [44] S. Vashist, „A Review of Microcantilevers for Sensing Applications“, AZojono, (2007)
- [45] N. Azak, M. Shagam, D. Karabacak and K. Ekinici; Appl. Phys. Lett. **91**, 093112 (2007)
- [46] B. Ohlsson, M. Björk, M. Magnusson, K. Deppert, L. Samuelson and L. Wallenberg; Appl. Phys. Lett. **79**, 3335 (2001)
- [47] P. Poncharal, Z. Wang, D. Ugarte, W. de Heer; Science **283**, 1513 (1999)
- [48] C. Nam, P. Jaroenapibal, D. Tham, D. Luzzi, S. Evoy, J. Fischer; Nano Lett. **6**, 153 (2006)
- [49] Y. Huang, X. Bai, Y. Zhang; J. Phys. : Condens. Matter **18**, 179 (2006)
- [50] D. Dikin, X. Chen, W. Ding, G. Wagner, R. Ruoff; J. Appl. Phys. **93**, 226 (2003)
- [51] Y. Shi, C. Chen, Y. Zhang, J. Zhu, Y. Yan; Nanotechnology **18**, 075709 (2007)
- [52] S. Tanner, J. Gray, C. Rogers, K. Bertness, N. Sanford; Appl. Phys. Lett. **91**, 203117 (2007)
- [53] S. Perisanu, P. Vincent, A. Ayari, M. Choueib, D. Guillot, M. Bechelany, D. Cornu, P. Miele, S. Purcell; Phys. Stat. Sol. (a) **204**, 1645 (2007)
- [54] X. Wei, Y. Liu, Q. Chen and L. Peng; Nanotechnology **19**, 355304 (2008)
- [55] C. H. Metzger and K. Karrai; Nature **432**, 1002 (2004)
- [56] J. Nichol, E. Hemesath, L. Lauhon, and R. Budakian; Appl. Phys. Lett. **93**, 193110 (2008)

- [57] http://www.lumerical.com/fdtd_applications.php
- [58] P. Loch, „FDTD Simulationen von photonischen Kristallkavitäten mit integriertem nanomechanischem Resonator“, (Bachelorarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2009)
- [59] http://www.attocube.com/nanoPOSITIONING/working_principal.htm
- [60] <http://www.ultiquiestcom.com/products/optics/gallium-arsenide-gaas.html>
- [61] T. Bateman, H. Mc Skimin, and J. Whelan; J. Appl. Phys. **30**, 545 (1959)
- [62] C. Metzger, „Opto-mechanics of deformable Fabry-Perot cavities“, (Dissertation, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2007)
- [63] S. Masmanidis, R. Karabalin, I. De Vlaminck, G. Borghs, M. Freeman and M. Roukes; Science **317**, 780 (2007)
- [64] D. Koenig, „Nano-mechanischer Einzel-Elektronen-Transistor“(Dissertation, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2008)
- [65] S. Schwalb, „Charakterisierung des Resonanzverhaltens piezoelektrisch getriebener nanomechanischer Resonatoren aus zugverspanntem Siliziumnitrid“, (Diplomarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2008)
- [66] K. Ekinici and M. Roukes; Nanoelectromechanical systems. Rev. Sci. Instrum **76**, 061101 (2005)
- [67] R. Sandberg, K. Molhave, A. Boisen, and W. Svendsen; Journal of Micromechanics and Microengineering **15**, 2249 (2005)
- [68] R. Lifshitz and M. Roukes; Phys. Rev. B **61**, 5600 (2000)
- [69] J. Judge, D. Photiadis, J. Vignola, B. Houston, and J. Jarzynski; J. Appl. Phys. **101**, 013521 (2007)
- [70] D. HÜgel, „Dissipation in Nanoelectromechanical Systems“, (Bachelorarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2009)
- [71] S. Bianco, M. Cocuzza, S. Ferrero, E. Giuri, G. Piacenza, C. F. Pirri, A. Ricci, L. Scaltrito, D. Bich, A. Merialdo, P. Schina, and R. Correale; Journal of Vacuum Science and Technology B **24**, 1803 (2006)
- [72] F. Blom, S. Bouwstra, M. Elwenspoek and J. Fluitman; J. Vac. Sci. Technol **10**, 19 (1992)
- [73] R. Bhiladvala and Z. J. Wang; Phys. Rev. E **69**, 036307 (2004)
- [74] Q. Unterreithmeier, T. Faust and J. Kotthaus; Phys. Rev. Lett. **105**, 027205 (2010)

- [75] S. Verbridge, R. Ilic, H. Craighead and J. Parpia; App. Phys. Lett. **93**, 013101 (2008)
- [76] M. Bao, H. Yang, H. Yin and Y. Sun; J. Micromech. Microeng. **12**, 341 (2002)
- [77] P. Li and R. Hu; Microfluid Nanofluid **3**, 715 (2007)
- [78] S. Verbridge, D. Shapiro, H. Craighead and J. Parpia; Nano Lett. **7**, 1728 (2007)
- [79] G. Cowper; J. Appl. Mech. **33**, 335 (1966)
- [80] S. Adachi; J. Appl. Phys. **58**, 3 (1985)
- [81] A. Lebedev, „Simulationen an nanomechanischen Resonatoren“, (Bachelorarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2011)
- [82] L. D. Landau and E. M. Lifhitz, „Elastizitätstheorie“, (Akademie, Berlin, 1966)
- [83] J. Finer, R. Simmons and J. Spudich; Nature **368**, 113 (1994)
- [84] R. Pelham and Y. Wang; Molecular Biology of the Cell **10**, 935 (1999)
- [85] C. Mierke, D. Rösel, B. Fabry, J. Brabek; European Journal of Cell Biology **87**, 669 (2008)
- [86] Y. Wua, D. Sun, W. Huang; Journal of Biomechanics **44**, 741 (2011)
- [87] D. Simson, F. Ziemann, M. Strigl and R. Merkel; Biophysical Journal **74**, 2080 (1998)
- [88] J. Helenius, C. Heisenberg, H. Gaub and D. Muller; Journal of Cell Science **121**, 1785 (2008)
- [89] W. Legant, J. Miller, B. Blakely, D. Cohen, G. Genin and C. Chen; Nature Methods **7**, 969 (2010)
- [90] I. Schoen, W. Hu, E. Klotzsch and V. Vogel; Nano Lett. **10**, 1823 (2010)
- [91] E. Hecht, „Optik“, (Oldenbourg Verlag, München, 2001)
- [92] <http://www.bmo.physik.uni-muenchen.de/mantel/PDF/f1.pdf>
- [93] <http://131.246.237.201/docs/Gitteraufbau.pdf>
- [94] <http://131.246.237.201/docs/Kreisblende.pdf>
- [95] Y. Lin, L. Hung, S. Li, Z. Ren and C. Nguyen; Dig. of Tech. Papers, the 14th Int. Conf. on Solid-State Sensors & Actuators (Transducers'07), Lyon France, (2007) pp. 2453-2456.
- [96] S. Youssef, „Quantitative modeling of synthetic gene transfer“, (Dissertation, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2011)
- [97] Y. Cho and A. Ivanisevic; NanoBiotechnology **2**, 51 (2006)

- [98] F. Keber, „Force Field Mapping of Cellular Migration on a Nanopillar Array“, (Diplomarbeit, Ludwig-Maximilians-Universität München, 2010)
- [99] K. Kinoshita, H. Itoh, S. Ishiwata, K. Hirano, T. Nishizaka and T. Hayakawa; J. Cell Biol. **115**, 67 (1991)
- [100] T. Pollard and J. Cooper; Science **326**, 1208 (2009)
- [101] J. Finer, R. Simmons and J. Spudich; Nature **368**, 1139 (1994)
- [102] J. Guo, L. Zhou und Y. Zhao; Surface Review and Letters **15**, 599 (2008)
- [103] J. Blakemore; J. App. Phys. **53**, 123 (1982)
- [104] M. Li, H. Tang, M. Roukes ; Nat. Nanotechnol. **2**, 114 (2007)
- [105] Y. Yang, C. Callegari, X. Feng, K. Ekinci and M. Roukes; Nano Lett. **6**, 583 (2006)
- [106] M. Melli, A. Pozzato und M. Lazzarino; Microelectronic Engineering **87**, 730 (2010)
- [107] <http://de.wikipedia.org/wiki/Lock-in-Effekt>
- [108] S. Shim, Matthias Imboden, Pritiraj Mohanty; Science **316**, 95 (2007)
- [109] M. Sato, B. Hubbard, A. Sievers, B. Ilic, D. Czaplewski and H. Craighead; Phys. Rev. Lett. **90**, 441021 (2003)
- [110] J. Judge, B. Houston, D. Photiadis, P. Herdic; Journal of Sound and Vibration **290**, 1119 (2006)

Vielen Dank!

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Prof. Jörg Kotthaus danke ich besonders für das optimale Forschungsumfeld an seinem Lehrstuhl. Natürlich auch für das geschenkte Vertrauen in meine Fähigkeiten sowie die großzügige Gestaltungsfreiheit in der Wahl meiner Forschungsinteressen.

Dr. Eva Weig danke ich für die vielen guten Diskussionen und für ihren, selbst in Stresssituationen, menschlichen Umgang. Außerdem bedanke ich für den produktiven Austausch innerhalb deiner Nanomechanikgruppe.

Prof. Joachim Rädler und Dr. Doris Heinrich danke ich für die Möglichkeit mit dem Biophysik Lehrstuhl zusammenzuarbeiten. Dadurch habe ich interessante und faszinierende Einblicke in ein für mich unentdecktes Forschungsgebiet erhalten.

Bert Lorenz danke ich für sein nun seit vielen Jahren ungebrochenes Interesse an meinen Forschungsergebnissen. Für mich bist du einer der angenehmsten und wichtigsten Konstanten.

Norbert Seltner danke ich für die tolle Zusammenarbeit. Die Betreuung deiner Diplomarbeit war eine angenehme und auch produktive Zeit für mich.

Felix Keber danke ich für die gemeinsamen Experimente, welche meine Doktorarbeit zusätzlich bereichert haben.

Andrej Lebedev danke ich für sein Engagement auch über seine Bachelorarbeit hinaus.

Patrik Loch danke ich für seine Arbeiten als Bachelorstudent und Werkstudent. Sein Durchhaltevermögen bei der langwierigen Suche von Simulationsparametern ist besonders lobenswert.

Johannes Rieger danke ich für die gemeinsame Zeit als Betreuer seiner Diplomarbeit, wo das Land noch starke Männer brauchte.

Stephan Manus, Philipp Altpeter, Reinhold Rath und Wolfgang Kurpas danke ich für die Unterstützung bei technischen Fragen, sowie für die reibungslosen Reinraumabläufe, wodurch ein produktives Arbeiten ermöglicht wurde.

Martina Jüttner danke ich für ihre zuverlässige Arbeit und ihre stets gute Laune.

Natürlich danke ich auch den restlichen Mitarbeitern des Lehrstuhls für die gute Atmosphäre und dem wissenschaftlichen Austausch.

Neben den Menschen am Lehrstuhl war während meiner Doktorarbeitszeit vor allem meine Familie für mich wichtig. Dabei danke ich meinen Eltern ohne die ich meinen eingeschlagenen Weg nicht hätte gehen können. Danke an meine Geschwister Verena, Andrea und Lukas ihr seid ein wichtiger Teil von mir.

Danke an meine Freundin Noemi für die schöne gemeinsame Zeit. Durch dich hatte ich immer einen guten Gegenpol zum Universitätsleben.